

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2019-513175

(P2019-513175A)

(43) 公表日 令和1年5月23日(2019.5.23)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
C 1 OG 65/12 (2006.01)	C 1 OG 65/12	4 H 1 O 4
C 1 OM 101/02 (2006.01)	C 1 OM 101/02	4 H 1 2 9
C 1 OG 47/18 (2006.01)	C 1 OG 47/18	
C 1 OG 45/58 (2006.01)	C 1 OG 45/58	
C 1 OG 45/02 (2006.01)	C 1 OG 45/02	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 31 頁)

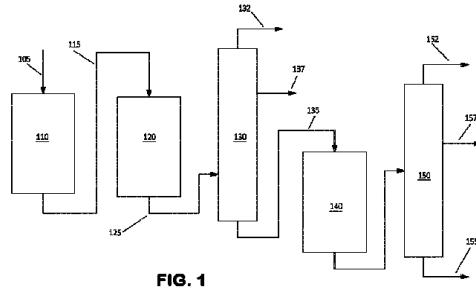
(21) 出願番号	特願2018-551312 (P2018-551312)	(71) 出願人	390023630 エクソンモービル リサーチ アンド エンジニアリング カンパニー EXXON RESEARCH AND ENGINEERING COMPANY アメリカ合衆国、ニュージャージー州 O 8801-0900, アナンデイル, ルート 22 イースト, 1545, ピー. オー. ボックス 900
(86) (22) 出願日	平成29年3月27日 (2017.3.27)	(74) 代理人	100145403 弁理士 山尾 憲人
(85) 翻訳文提出日	平成30年11月26日 (2018.11.26)	(74) 代理人	100156085 弁理士 新免 勝利
(86) 國際出願番号	PCT/US2017/024242	(74) 代理人	100138885 弁理士 福政 充睦
(87) 國際公開番号	W02017/172576		
(87) 國際公開日	平成29年10月5日 (2017.10.5)		
(31) 優先権主張番号	62/315,808		
(32) 優先日	平成28年3月31日 (2016.3.31)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		
(31) 優先権主張番号	62/356,749		
(32) 優先日	平成28年6月30日 (2016.6.30)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		
(31) 優先権主張番号	15/468,406		
(32) 優先日	平成29年3月24日 (2017.3.24)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】強化された芳香族飽和を有する潤滑油ベースストックの製造

## (57) 【要約】

減少されたか、または最小化された芳香族含有量を有する潤滑油ベースストックを製造するためのシステムおよび方法が提供される。第1の処理段階は、初期量の水素処理および/または水素化分解を実行することができる。次いで、第1の分離段階を使用して、燃料沸点範囲（および、より低い沸点範囲）の化合物を除去することが可能である。次いで、残りの潤滑油沸点範囲留分を、水素化分解条件下で、Ptおよび/またはPdなどの支持された貴金属を含むUSY触媒に曝露することが可能である。USY触媒は、24.30以下（または24.24以下）の単位セル径、少なくとも50（または少なくとも80）のシリカ：アルミナの比、20以下（または10以下）のアルファ値などの触媒特性の所望の組合せを有することが可能である。いくつかの態様において、第2の（水素化分解）段階からの流出物は、さらに分離することなく、脱蠅することが可能である。このような態様では、脱蠅された流出物の一部を、脱蠅反応器に入る前に、水素化分解流出物を冷却するためのリサイクルエンチ流として、使用することができる。



**【特許請求の範囲】**

**【請求項 1】**

第1の水素化処理条件下で、650°F(約343°C)の部分を含む供給原料を水素化処理することであって、水素化処理された流出物を形成すること、

前記水素化処理された流出物の少なくとも一部を分留することであって、少なくとも、第1の燃料沸点範囲留分と、第2の留分とを形成し、前記第2の留分が、潤滑油沸点範囲部分を含むこと、

第1の反応器において、水素化分解条件下、水素化分解触媒の存在下で、前記第2の留分を水素化分解することであって、水素化分解された流出物を形成し、前記水素化分解触媒が、24.30以下の単位セル径と、少なくとも50のシリカ：アルミナの比と、20以下のアルファ値とを有するUSYゼオライトを含み、前記水素化分解触媒が、前記水素化分解触媒上に支持された0.1重量%～5.0重量%の第8～10族の貴金属をさらに含み、前記水素化分解条件が、水素化分解反応器出口温度を含むこと、

第2の反応器において、触媒脱蛻条件下、前記水素化分解された流出物の少なくとも一部と、脱蛻された流出物のリサイクル部分とを脱蛻することであって、脱蛻された流出物を形成し、前記触媒脱蛻条件が、前記水素化分解反応器出口温度よりも少なくとも20低い、脱蛻反応器入口温度を含むこと、

前記脱蛻された流出物の少なくとも一部を分離することであって、少なくとも、前記脱蛻された流出物のリサイクル部分と、前記脱蛻された流出物の生成物部分とを形成すること、および

前記脱蛻された流出物の生成物部分を分留することであって、少なくとも、燃料沸点範囲生成物と、潤滑油沸点範囲生成物とを形成することを含み、

前記潤滑油沸点範囲生成物が、2.0重量%以下の芳香族含有量を有する、潤滑油沸点範囲生成物の製造方法。

**【請求項 2】**

前記脱蛻された流出物の少なくとも一部を水素化仕上することであって、水素化仕上された流出物を形成することをさらに含み、前記脱蛻された流出物の少なくとも一部を分離することが、前記水素化仕上された流出物の少なくとも一部を分離することを含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 3】**

前記水素化処理ステップへの供給原料が、約20～約45の溶媒脱蛻粘度指数を有する、請求項1に記載の方法。

**【請求項 4】**

前記脱蛻された流出物のリサイクル部分が、20重量%～50重量%の前記脱蛻された流出物を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 5】**

前記脱蛻反応器入口温度が、脱蛻重量平均床温度よりも15未満大きい、請求項1に記載の方法。

**【請求項 6】**

前記脱蛻された流出物の生成物部分を分留することが、少なくとも、  
2.0重量%以下の芳香族含有量を有する第1の潤滑油沸点範囲生成物と、  
2.0重量%以下の芳香族含有量を有する第2の潤滑油沸点範囲生成物と  
を形成することを含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 7】**

前記第1の潤滑油沸点範囲生成物が、4～6cStの粘度を有するか、  
前記第2の潤滑油沸点範囲生成物が、10～14cStの粘度を有するか、または  
その組合せ  
である、請求項5に記載の方法。

**【請求項 8】**

10

20

30

40

50

前記第1の潤滑油沸点範囲生成物が、1.05よりも高いシクロパラフィン性能比を有する、請求項6に記載の方法。

**【請求項9】**

前記第2の潤滑油沸点範囲生成物が、1.05よりも高いシクロパラフィン性能比を有する、請求項6に記載の方法。

**【請求項10】**

前記供給原料が、少なくとも40重量%の芳香族化合物を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項11】**

前記水素化分解触媒が、24.24以下の単位セル径、少なくとも85のシリカ：アルミナの比、および10以下のアルファ値の1つ以上を有するUSYゼオライトを含む、請求項1に記載の方法。 10

**【請求項12】**

前記USYゼオライトが、メソ(Meso-)Yゼオライト、エクストラメソポーラス(Extra Mesoporous)Yゼオライト、またはその組合せを含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項13】**

前記供給原料を水素化処理することが、水素処理条件下で、水素処理触媒に前記供給原料を暴露することを含むか、または

前記供給原料を水素化処理することが、第2の水素化分解条件下で、第2の水素化分解触媒に前記供給原料を暴露することを含むか、または 20

その組合せ

である、請求項1に記載の方法。

**【請求項14】**

水素処理供給原料入口と、水素処理流出物出口と、水素処理触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含む、水素処理反応器、

第1の分離段階入口と、第2の分離段階入口とを含む分離段階であって、前記第1の分離段階入口が、前記水素処理流出物出口と流体連絡していて、前記分離段階が、複数の分離段階液体流出物出口をさらに含み、前記分離段階液体流出物出口の1つ以上が、生成物出口に対応する、分離段階。 30

水素化分解供給原料入口と、水素化分解流出物出口と、少なくとも1つの固定化触媒床とを含む水素化分解反応器であって、前記少なくとも1つの固定化触媒床が、水素化分解触媒を含み、前記水素化分解供給原料入口が、少なくとも1つの分離段階液体流出物出口と流体連絡していて、前記水素化分解触媒が、24.30以下の単位セル径と、少なくとも50のシリカ：アルミナの比と、20以下のアルファ値とを有するUSYゼオライトを含み、前記水素化分解触媒が、前記水素化分解触媒上に支持された0.1重量%～5.0重量%の第8～10族の貴金属をさらに含む、水素化分解反応器、および

脱蠅供給原料入口と、脱蠅流出物出口と、少なくとも1つの固定化触媒床とを含む脱蠅反応器であって、前記少なくとも1つの固定化触媒床が、脱蠅触媒を含み、前記脱蠅供給原料入口が、前記水素化分解流出物出口と流体連絡し、前記脱蠅流出物出口とも流体連絡している、脱蠅反応器 40

を含む、潤滑油沸点範囲生成物を製造するためのシステム。

**【請求項15】**

前記脱蠅反応器が、水素化仕上触媒を含む固定床をさらに含むか、

前記水素処理反応器が、水素化分解触媒を含む固定床をさらに含むか、または

その組合せ

である、請求項14に記載のシステム。

**【請求項16】**

水素化仕上供給原料入口と、水素化仕上流出物出口と、水素化仕上触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含む水素化仕上反応器をさらに含み、 50

前記水素化仕上供給原料入口が、前記脱蠅供給原料出口と直接的に流体連絡していて、前記脱蠅供給原料入口が、前記水素化仕上流出物出口と直接的に流体連絡していて、前記脱蠅流出物出口とも間接的に流体連絡している、

請求項 1 4 に記載のシステム。

**【請求項 1 7】**

追加的な水素化分解反応器をさらに含み、前記追加的な水素化分解反応器が、追加的な水素化分解供給原料入口と、追加的な水素化分解流出物出口と、追加的な水素化分解触媒を含む少なくとも 1 つの固定化触媒床とを含み、

前記追加的な水素化分解反応器が、前記水素処理流出物出口と前記第 1 の分離段階入口との間に間接的な流体連絡を提供し、

前記追加的な水素化分解供給原料入口が、前記水素処理流出物出口と流体連絡していて、

前記追加的な水素化分解流出物出口が、前記第 1 の分離段階入口と流体連絡している、  
請求項 1 4 に記載のシステム。

**【発明の詳細な説明】**

**【技術分野】**

**【0 0 0 1】**

( 分野 )

潤滑油沸点範囲生成物の製造のためのシステムおよび方法が提供される。

**【背景技術】**

**【0 0 0 2】**

( 背景 )

多くの精製所には、課題のある供給原料を取り扱うために、全プロセスフローの一部として熱分解プロセスが含まれる。熱分解プロセスは、従来から、自動車ガソリン製品での使用に適切なナフサ留分を製造するために有効であったが、高品質蒸留燃料製品の有効な製造が課題のままであった。

**【0 0 0 3】**

特許文献 1 には、ナフサ、ディーゼルおよび / または潤滑油ベースストック沸点範囲生成物を形成するための、炭化水素の水素化分解および脱蠅のための集積化されたプロセスが記載されている。この集積化されたプロセスには、ソワー条件下での脱蠅および任意選択的に水素化分解と、第 1 のディーゼル生成物およびボトム生成物を形成するための分離と、第 2 のディーゼル生成物および任意選択的に潤滑油ベース油生成物を形成するための追加の水素化分解および脱蠅とが含まれる。水素化分解および脱蠅触媒は、ベース金属を含むことができるか、あるいは Pd および / または Pt を含むことができる。水素化分解触媒の例は、USY であり、そして脱蠅触媒の例は、ZSM-48 である。

**【0 0 0 4】**

特許文献 2 は、Y ゼオライト水素化分解触媒の製造および使用方法を記載している。Y ゼオライト触媒は、窒素脱着によって測定した場合、約 40 の細孔径分布において小メソポーラスピーカーを有する。

**【0 0 0 5】**

特許文献 3 は、Y ゼオライト水素化分解触媒の製造および使用方法を記載している。Y ゼオライト触媒は、0.5 ミクロン以下の径を有する Y ゼオライト一次結晶子の安定化凝集体を含有する。

**【0 0 0 6】**

特許文献 4 は、改善された蒸留物ならびに改善された潤滑油収率および特性のための水素化分解プロセス選択性を記載している。供給原料を水素化分解して、ディーゼル燃料製造のために適切な変換部分および潤滑油ベースストックの製造のために適切な未変換部分を形成するための 2 段階水素化分解触媒を使用することができる。2 段階水素化分解触媒は、USY 上に支持された Pd および / または Pt を含む第 1 段階触媒、ならびに ZSM-48 上に支持された Pd および / または Pt を含む第 2 段階触媒に対応することが可能

である。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】米国特許出願公開第2011/0315596号明細書

【特許文献2】米国特許第8,932,454号明細書

【特許文献3】米国特許第8,778,171号明細書

【特許文献4】米国特許出願公開第2013/0341243号明細書

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

10

【0008】

(要旨)

一態様において、潤滑油沸点範囲生成物の製造方法が提供される。当該方法は、第1の水素化処理条件下で、650°F(約343°C)の部分を含む供給原料(又はフィードストック(feedstock))を水素化処理して、水素化処理された流出物を形成することを含むことが可能である。水素化処理された流出物の少なくとも一部を分留して、少なくとも、第1の燃料沸点範囲留分と、潤滑油沸点範囲部分を含む第2の留分とを形成することが可能である。第2の留分を、水素化分解条件下、水素化分解触媒の存在下で水素化分解して、水素化分解された流出物を形成することが可能である。任意選択的に、水素化分解触媒は、24.30以下の単位セル径および/または少なくとも50のシリカ:アルミナの比および/または20以下のアルファ値を有するUSYゼオライトを含むことが可能である。任意選択的に、水素化分解触媒は、水素化分解触媒上に支持された0.1重量%~5.0重量%の第8~10族の貴金属をさらに含むことが可能である。水素化分解条件は、水素化分解反応器出口温度を含むことが可能である。触媒脱巣条件下、水素化分解された流出物の少なくとも一部および脱巣された流出物のリサイクル部分を脱巣して、脱巣された流出物を形成することが可能である。脱巣された流出物のリサイクル部分は、任意選択的に、20重量%~50重量%の脱巣された流出物を含むことが可能である。触媒脱巣条件は、水素化分解反応器出口温度よりも少なくとも20低い脱巣反応器入口温度を含むことが可能である。脱巣された流出物の少なくとも一部を分離して、少なくとも、脱巣された流出物のリサイクル部分と、脱巣された流出物の生成物部分とを形成することが可能である。脱巣された流出物の生成物部分を分留して、少なくとも、燃料沸点範囲生成物と、2.0重量%以下の芳香族含有量を任意選択的に有する潤滑油沸点範囲生成物とを形成することが可能である。

20

【0009】

一態様において、潤滑油沸点範囲生成物を製造するためのシステムが提供される。当該システムは、水素処理供給原料入口と、水素処理流出物出口と、水素処理触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含む水素処理反応器を含むことが可能である。当該システムは、第1の分離段階入口と、第2の分離段階入口とを有する分離段階をさらに含むことが可能であり、第1の分離段階入口は、水素処理流出物出口と流体連絡(又は液体連絡)している。この分離段階は、複数の分離段階液体流出物出口をさらに含むことが可能であり、分離段階液体流出物出口の1つ以上は、任意選択的に、生成物出口に対応する。当該システムは、水素化分解供給原料入口と、水素化分解流出物出口と、水素化分解触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含む水素化分解反応器をさらに含むことが可能である。水素化分解供給原料入口は、少なくとも1つの分離段階液体流出物出口と流体連絡していることが可能である。水素化分解触媒は、24.30以下の単位セル径および/または少なくとも50のシリカ:アルミナの比および/または20以下のアルファ値を有するUSYゼオライトを含むことが可能である。水素化分解触媒は、水素化分解触媒上に支持された0.1重量%~5.0重量%の第8~10族の貴金属をさらに含むことが可能である。当該システムは、脱巣供給原料入口と、脱巣流出物出口と、脱巣触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含む脱巣反応器をさらに含むことが可能である。脱巣供給原

30

40

50

料入口は、水素化分解流出物出口と流体連絡していることが可能であり、そして／または、脱蛹流出物出口と流体連絡していることが可能である。

**【図面の簡単な説明】**

**【0010】**

【図1】供給原料を加工して、少なくとも潤滑油沸点範囲留分を形成するために適切な構造の一例を概略的に示す。

【図2】供給原料を加工して、少なくとも潤滑油沸点範囲留分を形成するために適切な構造の別の例を概略的に示す。

【図3】供給原料を加工して、少なくとも潤滑油沸点範囲留分を形成するために適切な構造の別の例を概略的に示す。

【図4】参照低粘度ベースストックの組成との比較における、本開示の例示的な低粘度ベースストックの組成を示す。

【図5】参照高粘度ベースストックの組成との比較における、本開示の例示的な高粘度ベースストックの組成を示す。

【図6】ソワー条件およびスヴィート条件下での水素化分解に関する、700°F(約371)変換に対する芳香族(化合物)飽和(又はアロマチックサチュレーション(aromatic saturation))を示す。

**【発明を実施するための形態】**

**【0011】**

(詳細な説明)

**概要**  
本明細書の詳細な説明および請求項における全ての数値は、「約」または「およそ」表示値によって修飾され、そして当業者によって予想される実験誤差および変動を考慮に入れる。

**【0012】**

種々の態様において、減少されたか、または最小化された芳香族含有量を有する潤滑油ベースストックを製造するためのシステムおよび方法が提供される。第1の加工段階は、水素処理および／または水素化分解の初期量を実行することができる。次いで、第1の分離段階を使用して、燃料沸点範囲(およびより低沸点範囲)化合物を除去することが可能である。次いで、残りの潤滑油沸点範囲留分を、水素化分解条件下で、Ptおよび／またはPdなどの支持貴金属を含むUSY触媒に曝露することが可能である。USY触媒は、24.30以下(または24.24以下)の単位セル径、少なくとも50(または少なくとも80)のシリカ対アルミナ比および20以下(または10以下)のアルファ値などの触媒特性の所望の組合せを有することが可能である。いくつかの態様において、第2の(水素化分解)段階からの流出物は、さらなる分離なしで脱蛹することが可能である。このような態様において、脱蛹された流出物の一部を、脱蛹反応器に入る前に水素化分解流出物を冷却するためのリサイクルクエンチ流として使用することができる。USY触媒の存在下での水素化分解および脱蛹反応器の前にクエンチ流の使用の組合せは、1.5重量%以下または1.0重量%以下の、減少されたか、または最小化された芳香族含有量を有する潤滑油沸点範囲生成物の製造を可能にする。

**【0013】**

種々の態様において、リサイクルクエンチ流の使用によって、USY水素化分解反応器からの流出物を、中間分離を行わずに、種々の温度のいっそう重大な相対的制御を可能にしながらも、脱蛹反応器中へと通過させることができるとなる。例えば、脱蛹反応器への入口における水素化分解された流出物の温度は、少なくとも10°F(約5)または少なくとも20°F(約10)、例えば、40°F(約20度)まで、またはそれ以上、USY水素化分解反応器へのインプット供給原料の温度よりも冷たいことが可能である。加えて、または代わりに、脱蛹反応器への入口における水素化分解された流出物の温度は、少なくとも40°F(約20)または少なくとも50°F(約25)または少なくとも60°F(約30)、例えば、80°F(約40)まで、またはそれ以上、US

10

20

30

40

50

Y水素化分解反応器からの出口における水素化分解された流出物の温度よりも冷たいことが可能である。水素化分解された流出物を冷却するために、脱蛹された流出物の20重量%～50重量%を脱蛹反応器への入口の前の位置にリサイクルすることが可能である。リサイクルのために脱蛹された流出物を回収する位置は、脱蛹反応器の後および脱蛹された流出物の分留の前のいずれかの都合のよい位置であることが可能である。例えば、脱蛹反応器が、水素化仕上触媒を含む場合、および／または脱蛹された流出物が、分留の前に別個の水素化仕上反応器中を通過する場合、リサイクル流のために使用される脱蛹された流出物は、脱蛹され、かつ水素化仕上された流出物のリサイクル部分に対応することが可能である。いくつかの態様において、脱蛹反応器の重量平均床温度は、脱蛹反応器入口温度よりも15以下または10以下高いことが可能である。

10

## 【0014】

図1は、供給原料を処理して、蒸留燃料を製造するために適切な一般的な加工構造の例を示す。図1中、供給原料105は、第1の反応器110に導入されることが可能である。第1の反応器110などの反応器は、供給原料入口および流出物出口を含むことが可能である。第1の反応器110は、水素処理反応器、水素化分解反応器またはその組合せに対応することが可能である。任意選択的に、複数の反応器を使用して、異なる条件の選択を可能にする。例えば、第1の反応器110および任意の第2の反応器120の両方が反応システムに含まれる場合、第1の反応器110は、水素処理反応器に対応することが可能であり、他方、第2の反応器120は、水素化分解反応器に対応することが可能である。供給原料の初期水素処理および／または水素化分解を実行するために、反応器内で反応器および／または触媒を配置するためのなお他の選択肢を使用することも可能である。任意選択的に、構造が、初期段階において、複数の反応器を含む場合、反応器の間で気液分離が実行可能であり、そしてライトエンドおよび汚染物質ガスの除去が可能である。初期段階が水素化分解反応器を含む態様において、初期段階における水素化分解反応器は、追加の水素化分解反応器として示されることが可能である。

20

## 【0015】

初期段階の（反応器120などの）最終反応器からの水素化処理された流出物125は、次いで、分留塔130、または別の種類の分離段階を通過することが可能である。分留塔130（または他の分離段階）によって、水素化処理された流出物が分離されて、1つ以上の燃料沸点範囲留分137、ライトエンド留分132および潤滑油沸点範囲留分135を形成することが可能である。潤滑油沸点範囲留分135は、しばしば、分留塔130からのボトム留分に対応することが可能である。潤滑油沸点範囲留分135は、第2段階反応器140において、USYゼオライトの存在下、さらなる水素化分解を受けることが可能である。図1に示される構造において、第2段階反応器140からの流出物145を分留して、さらなる脱蛹および／または水素化仕上などの馴松油沸点範囲留分155のさらなる加工の前に、ライトエンド152および／または燃料沸点範囲留分157を分離することが可能である。

30

## 【0016】

図1の構造によって、100wppm以下の（第2段階への）供給原料硫黄含有量の等量に対応するスウェート加工条件下で、第2段階反応器140を作動させることが可能となる。このような「スウェート」加工条件下、図1の構造は、USY触媒の使用と組み合わせて、減少されたか、または最小化された芳香族含有量を有する水素化分解された流出物の製造を可能にする。

40

## 【0017】

図1に示される構造において、初期段階における（反応器120などの）最終反応器は、分留塔130への入口（または別の種類の分離段階への入口）と直接的に流体連絡していると記載することが可能である。初期段階における他の反応器は、初期段階の最終反応器によって提供される間接的な流体連絡に基づき、分離段階への入口と間接的に流体連絡していると記載することが可能である。初期段階の反応器は、一般に、直接的な流体連絡または間接的な流体連絡に基づき、分離段階と流体連絡していると記載することが可能で

50

ある。

**【0018】**

第2段階反応器140がスウィート作動条件下で作動するため、第2段階反応器140および脱蠅触媒を含有する次の反応器の間に分離段階150を有することを回避することは有益となる可能性がある。図2は、分離段階250が、追加的な脱蠅および／または水素化仕上反応器260の後に位置する反応構造の例を示す。以下の実施例1に記載される通り、図2の構造は、予想外の組成特性を有する潤滑油ベースストックの製造に適切になる可能性がある。

**【0019】**

いくつかの限定的な状況において、追加的な分離を行わずに追加的な反応器260中に流出物245を通過させることの1つの潜在的な困難は、追加的な反応器260中の脱蠅のための所望の作動温度が、反応器140の出口温度よりも実質的に低くなる可能性があることである。流出物245の温度を低下させるための1つの選択肢は、クエンチガスとしての補充水素または別の高圧ガス流の使用であることが可能である。しかしながら、ガスの有限の比熱のために、クエンチガスは、流出物245に限定量の冷却のみを提供することが可能である。結果として、図2に類似の構造は、追加的な反応器260での脱蠅反応のために望ましい作動温度より高い温度である流出物245に導く可能性がある。

**【0020】**

種々の態様において、図3に類似の構造は、脱蠅および／または水素化仕上の間に改善された芳香族飽和を可能にするために使用することが可能である。追加的な反応器260からの脱蠅された流出物365の部分343が、リサイクル可能であり、そして流出物245のためにクエンチ流体として使用可能である。これによって、流出物145の温度を、追加的な反応器260に入る前に、さらに低下させることが可能となり、流出物145のインプット温度は、追加的な反応器260の所望の入口温度と適合することが可能となる。

**【0021】**

液体リサイクルの使用は、種々の追加的な利益を潜在的に提供することが可能である。1つの利点は、脱蠅された流出物365の一部343が、少なくとも追加的な時間、追加的な反応器260を通過するため、供給原料の追加的な芳香族飽和であることが可能である。これによって、予想外に低い芳香族含有量を有する潤滑油沸点範囲留分355を得ることが可能である。加えて、あるいは代わりに、クエンチングのための液体リサイクル流としての脱蠅された流出物365の一部343の使用によって、高圧クエンチガスの必要性が減少または最小化可能であり、これによって、加工費用を低減させることができるとする。

**【0022】**

この議論において、ナフサ沸点範囲は、50°F(約10°C)、ペンタン異性体の最低沸点にほぼ対応する)~315°F(157°C)として定義される。ジェット沸点範囲は、315°F(157°C)~460°F(238°C)として定義される。ディーゼル沸点範囲は、460°F(238°C)~650°F(343°C)として定義される。蒸留燃料沸点範囲(ジェット+ディーゼル)は、315°F(157°C)~650°F(343°C)として定義される。燃料沸点範囲は、約10°C~343°Cとして定義される。潤滑油沸点範囲は、650°F(343°C)~1050°F(566°C)として定義される。任意選択的に、1段階以上の段階の水素化処理(例えば、水素処理、水素化分解、触媒脱蠅、水素化仕上)の後の分留によって潤滑油沸点部分が形成される場合、より高い沸点範囲化合物も潤滑油沸点範囲部分に含まれ得るため、潤滑油沸点範囲部分は、任意選択的にボトム留分に対応することが可能である。ナフサ沸点範囲未満の沸点を有する化合物(C<sub>4</sub>)は、ライトエンドと記載することが可能である。炭化水素様留分の分留(または他の沸点基準の分離)の間の実際的な考慮のため、本明細書に記載される方法に従って形成された燃料留分は、上記値に対応する初期/最終沸点を有することとは対照的に、上記値に対応するT5およびT95蒸留点(またはT10およびT90蒸留点)を有し得ることは留意

10

20

30

40

50

される。

【0023】

この議論において、他に明示されない限り、液体流出物または液体生成物という記載は、25 および 100 kPa - a (約 1 気圧) において液体である流出物または生成物を意味する。

【0024】

この議論において、供給原料または流出物の種々の種類の水素化処理のための条件が提供され得る。水素化処理の例としては、限定されないが、水素処理、水素化分解、触媒脱蠅および水素化仕上 / 芳香族飽和の 1 つ以上を含むことができる。このような水素化処理条件は、水素化処理条件の 1 つ以上を制御するための複数の制御装置などの少なくとも 1 つの制御装置を使用することによって、条件 (例えば、温度、圧力、LHSV、処理気体速度) のための所望の値を有するように制御することが可能である。いくつかの態様において、所与の種類の水素化処理のために、少なくとも 1 つの制御装置は、それぞれの種類の水素化処理条件と関連付けることが可能である。いくつかの態様において、水素化処理条件の 1 つ以上は、関連制御装置によって制御可能である。制御装置によって制御可能である構造の例としては、限定されないが、フロー速度、圧力またはその組合せを制御するバルブ；温度を制御する熱交換器および / または加熱器；ならびに少なくとも 2 つのフローの相対的なフロー速度を制御するフローメーターおよび 1 つ以上の関連バルブが含まれる。このような制御装置は任意選択的に、少なくとも 1 つのプロセッサ、制御変数 (例えば、温度、圧力、フロー速度) の値を検出するための検出器、ならびに操作された変数の値 (例えば、バルブの位置の変化、負荷サイクルの増加または減少、および / または加熱器の温度) を制御するためのプロセッサ出力を含む制御装置フィードバックループを含むことができる。任意選択的に、所与の種類の水素化処理に関する少なくとも 1 つの水素化処理条件は、関連制御装置を有し得ない。

10

20

30

40

【0025】

グループ I ベースストックまたはベース油は、90 重量 % 未満の飽和分子および / または少なくとも 0.03 重量 % の硫黄含有量を有するベース油として定義される。グループ I ベースストックは、少なくとも 80 であるが、120 未満の粘度指数 (VI) も有する。グループ II ベースストックまたはベース油は、少なくとも 90 重量 % の飽和分子および 0.03 重量 % 未満の硫黄を含有する。グループ III ベースストックは、少なくとも 80 であるが、120 未満の粘度指数も有する。グループ IV ベースストックまたはベース油は、少なくとも 120 の粘度指数で、少なくとも 90 重量 % の飽和分子および 0.03 重量 % 未満の硫黄を含有する。上記の形式的な定義に加えて、いくつかのグループ I ベースストックは、グループ I + ベースストックとして記載され得、これは、103 ~ 108 の VI 値を有するグループ I ベースストックに対応する。いくつかのグループ II ベースストックは、グループ II + ベースストックとして記載され得、これは、少なくとも 113 の VI 値を有するグループ II ベースストックに対応する。いくつかのグループ III ベースストックは、グループ III + ベースストックとして記載され得、これは、少なくとも 140 の VI 値を有するグループ III ベースストックに対応する。

【0026】

供給原料

本発明に従って、広範囲の石油および化学供給原料を水素化処理することが可能である。適切な供給原料としては、全石油原油および減圧石油原油、大気、サイクル油、減圧軽油とコークス器軽油を含む軽油、未加工直留蒸留液を含む軽質から重質までの凝縮物、水素化分解生成物、水素処理油、スラックワックス、フィッシャー - トロプシュ (Fischer - Tropsch) ワックス、ラフィネートおよびこれらの材料の混合物が含まれる。

【0027】

供給原料を定義する 1 つの方法は、供給原料の沸点範囲に基づく。沸点範囲を定義するための 1 つの選択肢は、供給原料の初期沸点および / または供給原料の最終沸点を使用す

50

ことである。別の選択肢は、1つ以上の温度で沸騰する供給原料の量に基づき、供給原料を特徴づけることである。例えば、供給原料のT 5 沸点 / 蒸留点は、供給原料の5重量%が沸騰除去され得る温度として定義される。同様に、「T 95」沸点 / 蒸留点は、供給原料の95重量%が沸騰し得る温度である。分割重量沸点を含む沸点は、ASTM D 2887などの適切なASTM法を使用して決定することが可能である。

#### 【0028】

典型的な供給原料としては、例えば、少なくとも600°F(約316°C)または少なくとも650°F(約343°C)または少なくとも700°F(371°C)または少なくとも750°F(約399°C)の初期沸点および/またはT 5 沸点および/またはT 10 沸点を有する供給原料が含まれる。加えて、あるいは代わりに、供給原料の最終沸点および/またはT 95 沸点および/またはT 90 沸点は、1100°F(約593°C)以下または1050°F(約566°C)以下または1000°F(約538°C)以下または950°F(約510°C)以下であることが可能である。特に、供給原料は、600°F(約316°C)~1100°F(約593°C)のT 5 ~ T 95 沸点範囲または650°F(約343°C)~1050°F(約566°C)のT 5 ~ T 95 沸点範囲または650°F(約343°C)~1050°F(約566°C)のT 10 ~ T 90 沸点範囲を有することが可能である。任意選択的に、燃料を形成するために水素化処理も使用される場合、より低い沸点範囲部分を含む供給原料を使用することが可能である。このような供給原料は、少なくとも350°F(約177°C)または少なくとも400°F(約204°C)または少なくとも450°F(約232°C)の初期沸点および/またはT 5 沸点および/またはT 10 沸点を有することが可能である。特に、このような供給原料は、350°F(約177°C)~1100°F(約593°C)のT 5 ~ T 95 沸点範囲または450°F(約232°C)~1050°F(約566°C)のT 5 ~ T 95 沸点範囲または350°F(約177°C)~1050°F(約566°C)のT 10 ~ T 90 沸点範囲を有することが可能である。

#### 【0029】

いくつかの態様において、供給原料の芳香族含有量は、少なくとも20重量%または少なくとも30重量%または少なくとも40重量%または少なくとも50重量%または少なくとも60重量%であることが可能である。特に、芳香族含有量は、20重量%~90重量%または40重量%~80重量%または50重量%~80重量%であることが可能である。

#### 【0030】

水素化処理が、水素処理プロセスおよび/またはソワー水素化分解プロセスを含む態様において、供給原料は、500wppm~20000wppm以上または500wppm~10000wppmまたは500wppm~5000wppmの硫黄含有量を有することが可能である。加えて、あるいは代わりに、このような供給原料の窒素含有量は、20wppm~4000wppmまたは50wppm~2000wppmであることが可能である。いくつかの態様において、供給原料の硫黄含有量が10wppm~500wppmであり、かつ/または窒素含有量が1wppm~100wppmであるように、「スワイト」供給原料に対応することが可能である。

#### 【0031】

いくつかの実施形態において、供給原料の少なくとも一部は、生体成分供給源から誘導される供給原料に対応することが可能である。この議論において、生体成分供給原料は、植物、動物、魚および/または藻類などの生体成分供給原料からの生物学的未加工材料成分から誘導される炭化水素供給原料を意味する。本明細書の目的のために、植物脂/油は、一般に、いずれの植物ベース材料も意味し、そしてジャトロファ(Jatropha)属の植物などの供給源から誘導される脂肪/油を含むことが可能であることに留意されたい。一般に、生体成分供給源としては、植物脂/油、動物脂/油、魚油、熱分解油および藻類脂質/油、ならびにこのような材料の成分が含まれることが可能であり、かついくつかの実施形態において、特に、1種以上の脂質化合物を含むことができる。脂質化合物は、典型的に、非水溶性であるが、非極性(または脂肪)溶媒に可溶性である生物学的化合

10

20

30

40

50

物である。このような溶媒の非限定的な例としては、アルコール、エーテル、クロロホルム、アルキル酢酸エステル、ベンゼンおよびその組合せが含まれる。

#### 【0032】

##### U S Y触媒を用いる第2段階水素化分解

種々の態様において、供給原料を加工するための第2段階は、供給原料の少なくとも一部を、所望の特性の組合せを有するU S Y触媒に曝露することに対応することが可能である。この特性は、触媒上に装てんされた金属の添加の前に測定することができる。U S Y触媒は、24.30以下または24.27以下または24.24以下の単位セル径を有することが可能である。加えて、あるいは代わりに、U S Y触媒は、少なくとも50または少なくとも70または少なくとも90または少なくとも100または少なくとも110または少なくとも120または少なくとも125、そして任意選択的に、250まで、もしくはそれ以上、または1000以下のシリカ対アルミナ比を有することが可能である。このレベルのシリカ対アルミナ比は、触媒の「脱アルミニウム化」型に対応することが可能である。加えて、あるいは代わりに、U S Y触媒は、20以下または10以下のアルファ値を有することが可能である。アルファ値試験は、触媒の分解活性の計測であって、かつ米国特許第3,354,078号明細書、ならびにJournal of Catalysis, Vol. 4, p. 527(1965); Vol. 6, p. 278(1966); およびVol. 61, p. 395(1980)に記載されている。これらの文献は、それぞれ、その記載に関して、参照によって本明細書に組み込まれる。本明細書で使用される試験の条件は、Journal of Catalysis, Vol. 61, p. 395に詳細に記載されるように、538の一定温度および可変フローレートを含む。  
10  
20

#### 【0033】

触媒脱蠅ゾーンにおけるプロセス条件としては、200~450、好ましくは、270~400の温度、1.8~34.6 MPag(約250~約5000 psig)、好ましくは、4.8~20.8 MPagの水素分圧、0.2~10時間<sup>-1</sup>、好ましくは、0.5~3.0時間<sup>-1</sup>の液空間速度および35.6~1781 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>(約200~約10,000 SCF/B)、好ましくは、178~890.6 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>(約1000~約5000 SCF/B)の水素循環速度を含むことが可能である。加えて、あるいは代わりに、この条件は、600°F(約343)~815°F(約435)の範囲の温度、500 psig~3000 psig(約3.5 MPag~約20.9 MPag)の水素分圧および213 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>~1068 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>(約1200 SCF/B~約6000 SCF/B)の水素処理気体速度を含むことができる。  
30

#### 【0034】

U S Y水素化分解触媒は、結合剤材料も含むことができる。適切な結合剤材料としては、金属酸化物、ゼオライト、リン酸アルミニウム、ポリマー、炭素および粘土から選択される材料が含まれる。最も好ましくは、結合剤は、好ましくは、シリカ、アルミナ、シリカ・アルミナ、非晶質アルミニシリケート、ホウ素、チタニアおよびジルコニアから選択される少なくとも1種の金属酸化物から構成される。好ましくは、結合剤は、シリカ、アルミナおよびシリカアルミナから選択される。好ましい実施形態において、結合剤は、擬似ベーマイトアルミナから構成される。  
40

#### 【0035】

触媒は、全最終水素化分解触媒の0~99重量%または25~80重量%または35~75重量%または50~65重量%の結合剤材料を含有することが可能である。他の好ましい実施形態において、水素化分解触媒は、80重量%未満または75重量%未満または65重量未満または50重量%未満の結合剤材料であることが可能である。

#### 【0036】

U S Yゼオライトを含有する水素化分解触媒は、追加のゼオライトまたはモレキュラーシープを有し得る。いくつかの態様において、水素化分解触媒は、次のモレキュラーシープ: ベータ、ZSM-5、ZSM-11、ZSM-57、MCM-22、MCM-49、MCM-56、ITQ-7、ITQ-27、ZSM-48、モルデナイト、ゼオライトL  
50

、フェリエライト、ZSM-23、MCM-68、SSZ-26/-33、SAPo-37、ZSM-12、ZSM-18およびEMTホージャサイトの少なくとも1種をさらに含むことが可能である。このような態様において、水素化分解触媒は、特に結合剤が利用される場合の最終触媒に基づき、少なくとも10重量%、より好ましくは、少なくとも25重量%、なおより好ましくは、少なくとも35重量%または少なくとも50重量%の量でEMYゼオライトを含有することが可能である。

#### 【0037】

USY水素化分解触媒は、触媒上に支持された少なくとも1種の水素化金属成分も含むことができる。このような水素化金属成分の例としては、IUPAC周期表の第8~10族からの1種以上の貴金属を含むことができる。任意選択的に、しかしながら、好ましくは、水素化分解触媒は、Pt、Pd、RhおよびRu(貴金属)またはその組合せから選択される少なくとも1種の8/9/10族金属を含むことができる。一態様において、水素化分解触媒は、Pt、Pdまたはその組合せから選択される少なくとも1種の8/9/10族金属を含むことができる。一態様において、水素化分解触媒は、Ptを含むことができる。少なくとも1種の水素化金属は、当該技術において既知のいずれかの技術によつても触媒に組み込まれ得る。本明細書の触媒中への活性金属組み込みのため的好ましい技術は、初期湿潤技術である。

10

#### 【0038】

触媒中の活性金属の量は、触媒に基づき、少なくとも0.1重量%または少なくとも0.15重量%または少なくとも0.2重量%または少なくとも0.25重量%または少なくとも0.3重量%または少なくとも0.5重量%であることが可能である。8/9/10族金属がPt、Pd、Rh、Ruまたはその組合せである実施形態に関して、活性金属の量は、好ましくは、0.1~5重量%、より好ましくは、0.2~4重量%、なおより好ましくは、0.25~3.5重量%である。

20

#### 【0039】

本明細書に記載指されたプロセスのための適切なゼオライトY触媒の例としては、凝集Yゼオライト(またはMeso-Y)およびExtra Mesoporous Y('EMY')ゼオライトに基づく触媒を含むことができる。凝集Yゼオライト(Meso-Y)の追加的な説明は、凝集Yゼオライトおよび凝集Yゼオライトを含有する触媒の製造方法の記載に関して、参照によって本明細書に組み込まれる米国特許第8,778,171号明細書に見ることができる。Extra Mesoporous Yゼオライトの追加的な説明は、EMYゼオライトおよびEMYゼオライトを含有する触媒の製造方法の記載に関して、参照によって本明細書に組み込まれる米国特許第8,932,454号明細書に見ることができる。

30

#### 【0040】

簡単に、Meso-Yは、小さい一次結晶子およびより大きい径の二次粒子を含むゼオライトYの安定化した凝集形態を意味する。一次結晶子の少なくとも80%、例えば、少なくとも90%または少なくとも95%が凝集またはクラスター化し、二次粒子を形成し得る。一次結晶子の平均径(幅/直径)に対する二次粒子の平均径(幅/直径)の比率は、二次粒子の外側(すなわち、外部)表面が見える場合、少なくとも3:1、例えば、少なくとも5:1または少なくとも10:1であり得る。二次粒子の外側表面が見える場合、例えば、SEM画像において、二次粒子中の一次結晶子の平均径は、0.5μm以下、例えば、0.3μm以下、0.2μm以下または0.1μm以下であり得るのに対して、二次粒子の平均径は、0.8μm以上、例えば、1.0μm以上または2.0μm以上であり得る。少なくとも80%、例えば、少なくとも90%または少なくとも95%の凝集二次粒子は、少なくとも5、例えば、少なくとも10の一次結晶子を含み得る。本明細書に記載されるこれらの一次結晶子および二次粒子は、適切な倍率および解像度を含む十分な条件下で、例えば、SEMによって観察可能であり得る。

40

#### 【0041】

一次結晶子および二次粒子の平均径は、例えば、二次粒子の1つ以上の十分な二次元S

50

EM画像を見ること、そして一次結晶子および二次粒子の形状を二次元球形突起（円）として概算することによって決定することが可能である。一次結晶子および二次粒子の割合（例えば、80%、90%、95%など）が本明細書に記載される場合、これらの割合は、これらの粒子の数に基づくことは理解されるべきである。本明細書で示されたSEM画像は、一次結晶子および二次粒子の全バッチにおいて全ての粒子を必ずしも示さないが、本明細書で示されたSEM画像が、特に観察されなかった粒子さえも含めて、一次結晶子および二次粒子の全バッチの代表として見られることも理解されるべきである。

#### 【0042】

二次粒子は、特に、焼成および／または蒸気処理を受けた後、 $10\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、例えば、 $20\text{ m}^2/\text{g}$ 以上または $40\text{ m}^2/\text{g}$ 以上の外部表面積を有し得る。 $1\text{ ミクロン}$ 以上の径を有する非凝集一次結晶子を有するものなどのゼオライトYの従来の形態は、 $10\text{ m}^2/\text{g}$ 未満の外部表面積を有する傾向がある。二次粒子の比較的高い外部表面積は、一般に、個々の一次結晶子の間の多孔性ギャップ、特に、二次粒子の内部領域におけるメソ細孔の指標であることが可能である。一般に球形の形態の類似径の単結晶（角ばっているか、または端部が発達している状態）は、より小さい外部表面積を有することは予想されるであろう。

#### 【0043】

簡単に、EMYゼオライトは、ゼオライトの「大メソ細孔」（ $50 \sim 500$  より大きい細孔直径）において細孔の実質的な体積を維持しながら、市販のY型ゼオライトの「小メソ細孔」（ $30 \sim 50$  細孔直径）と関連して一般に見られる、抑制された「小メソ細孔ピーク」を有するY構造ゼオライトであることが可能である。国際純正応用化学連合（「IUPAC」）基準によると、「メソ細孔」は、 $20$  より大きく、 $500$  オングストローム（）未満の細孔直径を有するものとして定義づける。しかしながら、本明細書で使用される標準的な窒素脱着測定は、約 $22$  未満の細孔体積データを提供しない。加えて、Yゼオライトに見られる「小メソ細孔ピーク」は、 $30 \sim 50$  の範囲の間に実質的に限定されているため、本発明の目的に関する測定可能なメソポーラス細孔直径範囲を、 $30 \sim 500$  オングストローム（）までの細孔直径として定義することは十分である。

#### 【0044】

本明細書で利用される場合、「小メソ細孔」または「小メソポーラス」という用語は、 $30 \sim 50$  オングストローム（）の細孔直径を有するゼオライト結晶における細孔構造として定義される。同様に、「大メソ細孔」または「大メソポーラス」という用語は、本明細書で利用される場合、 $50 \sim 500$  オングストローム（）の細孔直径を有するゼオライト結晶における細孔構造として定義される。本明細書中、単独で（すなわち、「小」または「大」という形容詞と関連せずに）利用される場合、「メソ細孔」または「メソポーラス」という用語は、本明細書中、 $30 \sim 500$  オングストローム（）の細孔直径を有するゼオライト結晶における細孔構造として定義される。他に明示されない限り、メソポーラス細孔直径のために使用される測定の単位は、本明細書中、オングストローム（）である。

#### 【0045】

種々の態様において、EMYゼオライトの大細孔体積対小細孔体積比（Large-to-Small Pore Volume Ratio）、または「LSPVR」は、少なくとも $4.0$ 、より好ましくは、少なくとも $5.0$ であることが可能であり、かつなおより好ましくは、EMYのLSPVRは少なくとも $6.0$ であることが可能である。加えて、あるいは代わりに、EMYの大細孔体積対小細孔体積比（Large-to-Small Pore Volume Ratio）は、 $16$ 時間、 $1400^\circ\text{F}$ における長期の脱活性化蒸気処理後、少なくとも $10.0$ または少なくとも $12.0$ または少なくとも $15.0$ であることが可能である。

#### 【0046】

EMYゼオライトは、少なくとも $0.03\text{ cm}^3/\text{g}$ 、より好ましくは、少なくとも $0.05\text{ cm}^3/\text{g}$ 、なおより好ましくは、少なくとも $0.07\text{ cm}^3/\text{g}$ の大メソ細孔体

10

20

30

40

50

積を有することが可能である。加えて、あるいは代わりに、EMYゼオライトは、0.15 cm<sup>3</sup> / g未満または0.13 cm<sup>3</sup> / g未満または0.11 cm<sup>3</sup> / g未満の小メソ細孔ピークを有することが可能である。

#### 【0047】

##### 第1の水素化処理段階 - 水素処理および/または水素化分解

種々の態様において、潤滑油ベース油製造のための供給原料の1つ以上の品質を改善するために、第1の水素化処理段階を使用することが可能である。供給原料の改善の例としては、限定されないが、供給原料のヘテロ原子含有量の減少、粘度指数上昇をもたらす供給原料における変換の実行、および/または供給原料における芳香族飽和の実行を含むことが可能である。

10

#### 【0048】

ヘテロ原子除去に関しては、初期水素化処理段階（水素処理および/または水素化分解）における条件は、水素化処理された流出物の硫黄含有量を250 ppm以下または200 ppm以下または150 ppm以下または100 ppm以下または50 ppm以下または25 ppm以下または10 ppm以下に減少させるために十分であることが可能である。特に、水素化処理された流出物の硫黄含有量は、1 ppm~250 ppmまたは1 ppm~50 ppmまたは1 ppm~10 ppmであることが可能である。加えて、あるいは代わりに、初期水素化処理段階における条件は、窒素含有量を100 ppm以下または50 ppm以下または25 ppm以下または10 ppm以下に減少させるために十分であることが可能である。特に、窒素含有量は、1 ppm~100 ppmまたは1 ppm~25 ppmまたは1 ppm~10 ppmであることが可能である。

20

#### 【0049】

水素処理を初期水素化処理段階の一部として含む態様において、水素処理触媒は、いずれの適切な水素処理触媒、例えば、少なくとも1種の第8~10族非貴金属（例えば、Ni、Coおよびその組合せから選択されるもの）および少なくとも1種の第6族金属（例えば、Mo、Wおよびその組合せから選択されるもの）を含み、任意選択的に、適切な支持体および/またはフィラー材料（例えば、アルミナ、シリカ、チタニア、ジルコニアまたはその組合せを含むもの）を含む触媒を含むことが可能である。本発明の態様による水素処理触媒は、バルク触媒または支持触媒であることが可能である。支持触媒を製造するための技術は、当該技術において周知である。バルク金属触媒粒子を製造するための技術は既知であり、かつ例えば、以前に、参照によって本明細書に組み込まれる米国特許第6,162,350号明細書に記載されている。バルク金属触媒粒子は、全ての金属触媒前駆体が溶液中にある方法によって、または少なくとも1種の前駆体が少なくとも部分的に固体形態にあるが、任意選択的に、しかしながら好ましくは、少なくとも他の1種の前駆体が溶液形態でのみ提供される方法によって製造可能である。少なくとも部分的に固体形態にある金属前駆体を提供することは、例えば、懸濁粒子の形態におけるものなどの、溶液中に固体および/または沈殿金属も含む、金属前駆体の溶液を提供することによって達成可能である。実例として、適切な水素処理触媒のいくつかの例は、中でも、米国特許第6,156,695号明細書、同第6,162,350号明細書、同第6,299,760号明細書、同第6,582,590号明細書、同第6,712,955号明細書、同第6,783,663号明細書、同第6,863,803号明細書、同第6,929,738号明細書、同第7,229,548号明細書、同第7,288,182号明細書、同第7,410,924号明細書および同第7,544,632号明細書、米国特許出願公開第2005/0277545号明細書、同第2006/0060502号明細書、同第2007/0084754号明細書および同第2008/0132407号明細書、ならびに国際公開第04/007646号パンフレット、同第2007/084437号パンフレット、同第2007/084438号パンフレット、同第2007/084471号パンフレットの1つ以上に記載されている。好ましい金属触媒としては、アルミナ上のコバルト/モリブデン（1~10%の酸化

30

40

50

物としてのCo、10～40%の酸化物としてのMo)、ニッケル／モリブデン(1～10%の酸化物としてのNi、10～40%の酸化物としてのCo)、またはニッケル／タンゲステン(1～10%の酸化物としてのNi、10～40%の酸化物としてのW)が含まれる。

#### 【0050】

種々の態様において、水素処理条件としては、200～450または315～425の温度；250 psig(約1.8 MPag)～5000 psig(約34.6 MPag)または500 psig(約3.4 MPag)～3000 psig(約20.8 MPag)または800 psig(約5.5 MPag)～2500 psig(約17.2 MPag)の圧力；0.2～10時間<sup>-1</sup>の液空間速度(LHSV)；および200 scf/B(35.6 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)～10,000 scf/B(1781 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)または500(89 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)～10,000 scf/B(1781 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)の水素処理速度を含むことができる。10

#### 【0051】

水素処理触媒は、典型的に、第6族金属および第8～10非貴金属、すなわち、鉄、コバルトおよびニッケルならびにその混合物を含有するものである。これらの金属または金属の混合物は、典型的に、耐火性金属酸化物支持体上に酸化物または硫化物として存在する。適切な金属酸化物支持体としては、シリカ、アルミナまたはチタニア、好ましくは、アルミナなどの低酸性酸化物が含まれる。いくつかの態様において、好ましいアルミナは、50～200または75～150の平均細孔径、100～300 m<sup>2</sup>/gまたは150～250 m<sup>2</sup>/gの表面積；および/または0.25～1.0 cm<sup>3</sup>/gまたは0.35～0.8 cm<sup>3</sup>/gの細孔体積を有するガンマまたはエータなどの多孔性アルミナに対応することが可能である。これは一般に支持体の酸性度を増加させるため、支持体は、好ましくは、フッ素などのハロゲンは奨励されない。20

#### 【0052】

代わりに、水素処理触媒は、バルク金属触媒、または支持金属触媒およびバルク金属触媒の積層床の組合せであることが可能である。バルク金属とは、触媒が支持されておらず、バルク触媒粒子が、バルク触媒粒子の全重量に基づき、金属酸化物として算出された場合、30～100重量%の少なくとも1種の第8～10族非貴金属および少なくとも1種の第6族金属を含み、かつバルク触媒粒子が、少なくとも10 m<sup>2</sup>/gの表面積を有することを意味する。本明細書で使用されるバルク金属水素処理触媒が、粒子の全重量に基づき、金属酸化物として算出された場合、50～100重量%、なにより好ましくは、70～100重量%の少なくとも1種の第8～10族非貴金属および少なくとも1種の第6族金属を含むことが、さらに好ましい。第6族および第8～10族非貴金属の量は、VIB TEM-EDXによって容易に決定可能である。30

#### 【0053】

1種の第8～10族非貴金属および2種の第6族金属を含むバルク触媒組成が好ましい。この場合、バルク触媒粒子は、耐焼結性であることが見出された。したがって、バルク触媒粒子の活性表面積は、使用の間に維持される。第6族対第8～10族非貴金属のモル比は、一般に、10：1～1：10、好ましくは、3：1～1：3の範囲であり、コアシェルの構造化粒子に関しては、これらの比率は、もちろん、シェルに含まれる金属に適応される。1種より多くの第6族金属がバルク触媒粒子に含まれる場合、異なる第6族金属の比率は、一般に重要ではない。2種より多い第8～10族非貴金属が利用される場合も、同様に考えられる。モリブデンおよびタンゲステンが第6族金属として存在する場合、モリブデン：タンゲステン比は、好ましくは、9：1～1：9の範囲に含まれる。好ましくは、第8～10族非貴金属は、ニッケルおよび/またはコバルトを含む。第6族金属がモリブデンおよびタンゲステンの組合を含むことがさらに好ましい。好ましくは、ニッケル／モリブデン／タンゲステンおよびコバルト／モリブデン／タンゲステンおよびニッケル／コバルト／モリブデン／タンゲステンの組合せが使用される。これらの種類の沈殿物は、耐焼結性であるように思われる。したがって、沈殿物の活性表面積は使用の間に維持4050

される。金属は、好ましくは、対応する金属の酸化化合物として、または触媒組成物が硫化された場合、対応する金属の硫化化合物として存在する。

#### 【0054】

いくつかの任意の態様において、本明細書で使用されるバルク金属水素処理触媒は、少なくとも $50\text{ m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは、少なくとも $100\text{ m}^2/\text{g}$ の表面積を有する。このような態様において、バルク金属水素処理触媒の細孔径分布が、従来の水素処理触媒のものとほぼ同じであることも望ましい。バルク金属水素処理触媒は、窒素吸着によって決定される $0.05 \sim 5\text{ m}1/\text{g}$ または $0.1 \sim 4\text{ m}1/\text{g}$ または $0.1 \sim 3\text{ m}1/\text{g}$ または $0.1 \sim 2\text{ t a g}$ の細孔体積を有することが可能である。好ましくは、 $1\text{ nm}$ 未満の細孔は存在しない。バルク金属水素処理触媒は、少なくとも $50\text{ nm}$ または少なくとも $100\text{ nm}$ の中央直径を有することが可能である。バルク金属水素処理触媒は、 $5000\text{ }\mu\text{m}$ 以下または $3000\text{ }\mu\text{m}$ 以下の中央直径を有することが可能である。一実施形態において、中央粒子直径は、 $0.1 \sim 50\text{ }\mu\text{m}$ の範囲、最も好ましくは、 $0.5 \sim 50\text{ }\mu\text{m}$ の範囲に存在する。10

#### 【0055】

水素化分解を初期水素化処理段階の一部として含む態様において、初期段階水素化分解触媒は、例えば、いずれかの適切であるか、または標準的な水素化分解触媒、例えば、ゼオライトベータ、ゼオライトX、ゼオライトY、ホージャサイト、ウルトラスタブル(ultrastable)Y(USY)、脱アルミニウム化Y(Deal-Y)、モルデナイト、ZSM-3、ZSM-4、ZSM-18、ZSM-20、ZSM-48およびその組合せから選択されるゼオライトベースを含むことが可能である。このようなゼオライトベースは、都合よく、1種以上の活性金属(例えば、(i)白金および/またはパラジウムなどの第8~10族貴金属、あるいは(ii)ニッケル、コバルト、鉄およびその組合せなどの第8~10族貴金属ならびにモリブデンおよび/またはタングステンなどの第6族金属のいずれか)によって装てんされることが可能である。この議論において、ゼオライト材料は、International Zeolite Associationによって認識されるフレームワーク構造などの、認識されたゼオライトフレームワーク構造を有する材料を含むように定義される。このようなゼオライト材料は、シリコアルミネート、シリコアルミノホスフェート、アルミノホスフェートおよび/またはゼオライトフレームワーク構造を形成するために使用することが可能である原子の他の組合せに対応することが可能である。ゼオライト材料に加えて、他の種類の結晶質酸性支持体材料も適切であり得る。任意選択的に、ゼオライト材料および/または他の結晶質酸性材料は、アルミナ、チタニアおよび/またはシリカなどの他の金属酸化物と混合され得るか、またはそれによって結合され得る。20

#### 【0056】

第1段階(またはソワー条件)における水素化分解プロセスは、 $200 \sim 450$ の温度、 $250\text{ psig} \sim 5000\text{ psig}$ (約 $1.8\text{ MPag} \sim 34.6\text{ MPag}$ )の水素分圧、 $0.2\text{ 時間}^{-1} \sim 10\text{ 時間}^{-1}$ の液空間速度および $35.6\text{ m}^3/\text{m}^3 \sim 1781\text{ m}^3/\text{m}^3$ (約 $2000\text{ SCF/B} \sim 10,000\text{ SCF/B}$ )の水素処理気体速度で実行可能であり、典型的に、ほとんどの場合、この条件は、 $300 \sim 450$ の温度、 $500\text{ psig} \sim 2000\text{ psig}$ (約 $3.5\text{ MPag} \sim 13.9\text{ MPag}$ )の水素分圧、 $0.3\text{ 時間}^{-1} \sim 2\text{ 時間}^{-1}$ の液空間速度および $213\text{ m}^3/\text{m}^3 \sim 1068\text{ m}^3/\text{m}^3$ (約 $1200\text{ SCF/B} \sim 6000\text{ SCF/B}$ )の水素処理気体速度を含むことが可能である。40

#### 【0057】

追加的な第2段階加工 - 脱蠣および水素化仕上 / 芳香族飽和

第1段階の水素化処理の後、水素化処理された流出物を分離することが可能である。いくつかの態様において、分離は、主に、ヘテロ原子除去の間に生成する汚染物質ガス( $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{NH}_3$ )の分離に焦点を当てた分離に対応することが可能である。いくつかの態様において、ナフサおよび/またはディーゼル沸点範囲部分などの、水素化処理された流出

10

20

30

40

50

物の追加的なより低沸点の部分を分離することが可能である。このような態様において、潤滑油沸点範囲部分（任意選択的に、ディーゼル沸点範囲部分および／または他の水素化処理されたボトムを含む）を、触媒脱蛻および／または水素化仕上または芳香族飽和によってさらに加工することができる。

#### 【0058】

種々の態様において、触媒的脱蛻を、第2または次の加工段階の一部として含めることができる。好ましくは、脱蛻触媒は、主に炭化水素供給原料を異性体化することによって、脱蛻を実行するゼオライト（および／またはゼオライト結晶）である。より好ましくは、触媒は、一次元細孔構造を有するゼオライトである。適切な触媒としては、E U - 1、Z S M - 3 5（またはフェリエライト）、Z S M - 1 1、Z S M - 5 7、N U - 8 7、S A P O - 1 1 およびZ S M - 2 2などの10員環細孔ゼオライトが含まれる。好ましい材料は、E U - 2、E U - 1 1、Z B M - 3 0、Z S M - 4 8 またはZ S M - 2 3である。Z S M - 4 8 が最も好ましい。2 0 : 1 ~ 4 0 : 1 のシリカ対アルミナ比を有するZ S M - 2 3 構造を有するゼオライトをS S Z - 3 2と記載することも可能であることに留意されたい。上記材料と親近構造である他のゼオライト結晶は、T h e t a - 1、N U - 1 0、E U - 1 3、K Z - 1 およびN U - 2 3を含む。

#### 【0059】

種々の実施形態において、脱蛻触媒は、金属水素化成分をさらに含むことができる。金属水素化成分は、典型的に、第6族および／または第8～10族金属である。好ましくは、金属水素化成分は、第8～10族貴金属である。好ましくは、金属水素化成分は、P t、P d またはその混合物である。代わりの好ましい実施形態において、金属水素化成分は、第8～10族非貴金属と第6族金属との組合せであることが可能である。適切な組合せとしては、N i、C o またはF e とM o またはWとの組合せ、好ましくは、N i とM o またはWとの組合せを含むことが可能である。

#### 【0060】

金属水素化成分は、いずれかの都合のよい方法で、脱蛻触媒に添加されてもよい。金属水素化成分を添加するための1つの技術は、初期湿潤による。例えば、ゼオライトと結合剤とを組み合わせた後、組み合わせたゼオライトおよび結合剤を触媒粒子中に押出すことができる。これらの触媒粒子は、次いで、適切な金属前駆体を含有する溶液に曝露されることが可能である。代わりに、金属は、イオン交換によって触媒に添加されることも可能であり、その場合、金属前駆体は、押出の前にゼオライト（またはゼオライトおよび結合剤）の混合物に添加される。

#### 【0061】

脱蛻触媒中の金属の量は、触媒に基づき、少なくとも0.1重量%または少なくとも0.15重量%または少なくとも0.2重量%または少なくとも0.25重量%または少なくとも0.3重量%または少なくとも0.5重量%であることが可能である。触媒中の金属の量は、触媒に基づき、20重量%以下または10重量%以下または5重量%以下または2.5重量%以下または1重量%以下であることが可能である。金属がP t、P d、別の第8～10族貴金属またはその組合せである態様に関して、金属の量は、0.1～5重量%、好ましくは、0.1～2重量%または0.25～1.8重量%または0.4～1.5重量%であることが可能である。金属が第8～10族非貴金属と第6族金属との組合せである態様に関して、金属の合計量は、0.5～20重量%または1～15重量%または2.5～10重量%であることが可能である。

#### 【0062】

好ましくは、脱蛻触媒は、アルミナに対するシリカの低い比率を有する触媒であることが可能である。例えば、Z S M - 4 8 に関して、ゼオライト中のシリカ対アルミナの比率は、2 0 0 : 1 未満または1 1 0 : 1 未満または1 0 0 : 1 未満または9 0 : 1 未満または8 0 : 1 未満であることが可能である。特に、シリカ対アルミナの比率は、3 0 : 1 ~ 2 0 0 : 1 または6 0 : 1 ~ 1 1 0 : 1 または7 0 : 1 ~ 1 0 0 : 1 であることが可能である。

10

20

30

40

50

## 【0063】

脱蛍触媒は、結合剤も含むことが可能である。いくつかの実施形態において、本発明によるプロセスで使用される脱蛍触媒は、低表面積結合剤を使用して配合される。低表面積結合剤は、 $40\text{ m}^2/\text{g}$ まで、またはそれ以下などの、 $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以下または $80\text{ m}^2/\text{g}$ 以下または $70\text{ m}^2/\text{g}$ 以下の表面積を有する結合剤を表す。

## 【0064】

代わりに、結合剤およびゼオライト粒子径は、全表面積に対するミクロ細孔表面積の望ましい比率を触媒に提供するように選択することができる。本発明に従って使用される脱蛍触媒において、ミクロ細孔表面積は、脱蛍触媒中のゼオライトの一次元細孔からの表面積に対応する。全表面積は、ミクロ細孔表面積および外部表面積に対応する。触媒中に使用されるいづれの結合剤も、ミクロ細孔表面積に寄与せず、かつ触媒の全表面積を有意に増加させないであろう。外部表面積は、ミクロ細孔表面積を差し引いた全触媒の表面積の残余を表す。結合剤およびゼオライトの両方が、外部表面積の値に寄与することが可能である。好ましくは、脱蛍触媒の全表面積に対するミクロ細孔表面積の比率は、25%以上であろう。

10

## 【0065】

ゼオライト（または他のゼオライト材料）は、いづれかの都合のよい方法で、結合剤と組み合わせることが可能である。例えば、結合された触媒は、ゼオライトおよび結合剤の両粉末から開始して、粉末を、添加された水と混合して、混合物を形成し、次いで、混合物を押出成形して、所望の径の結合された触媒を製造することによって製造可能である。ゼオライトおよび結合剤混合物の押出成形フロー特性を変更するために、押出成形助剤も使用可能である。触媒中のフレームワークアルミナの量は、0.1~3.3重量%または0.1~2.7重量%または0.2~2重量%または0.3~1重量%の範囲であつてよい。

20

## 【0066】

なお別の実施形態において、2種以上の金属酸化物から構成される結合剤も使用可能である。このような実施形態において、低表面積結合剤の重量パーセントは、好ましくは、より高い表面積の結合剤の重量パーセントより高い。

30

## 【0067】

代わりに、混合金属酸化物を形成するために使用される両金属酸化物が十分低い表面積を有する場合、結合剤中のそれぞれの金属酸化物の割合は、それほど重要ではない。結合剤を形成するために2種以上の金属酸化物が使用される場合、2種の金属酸化物は、いづれかの都合のよい方法によって、触媒中に組み込むことが可能である。例えば、1種の結合剤は、噴霧乾燥の間など、ゼオライト粉末の形成の間にゼオライトと混合することが可能である。噴霧乾燥されたゼオライト/結合剤粉末は、次いで、押出成形の前に第2の金属酸化物結合剤と混合されることが可能である。一態様において、脱蛍触媒は、自己結合可能であり、かつ結合剤を含有しない。触媒脱蛍ゾーンのプロセス条件としては、200~450、好ましくは、270~400の温度、1.8~34.6 MPa（約250~約5000 psi）、好ましくは、4.8~20.8 MPaの水素分圧、0.2~1.0時間<sup>-1</sup>、好ましくは、0.5~3.0時間<sup>-1</sup>の液空間速度および35.6~178.1 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>（約200~約10,000 SCF/B）、好ましくは、178~890.6 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>（約1000~約5000 scf/B）の水素処理気体速度を含むことができる。

40

## 【0068】

種々の態様において、水素化仕上および/または芳香族飽和プロセスも提供することが可能である。水素化仕上および/または芳香族飽和は、脱蛍の前および/または脱蛍の後に実行可能である。水素化仕上および/または芳香族飽和は、分留の前または後に実行可能である。水素化仕上および/または芳香族飽和が分留の後に実行される場合、水素化仕上は、1つ以上の潤滑油ベースストック部分で実行されるなど、分留された生成物の1つ以上の部分において実行可能である。代わりに、最後の水素化分解または脱蛍プロセスか

50

らの全流出物に、水素化仕上および／または芳香族飽和を受けさせることが可能である。

#### 【0069】

いくつかの状況において、水素化仕上プロセスおよび芳香族飽和プロセスは、同一触媒を使用して実行される単一プロセスとして示すことができる。代わりに、芳香族飽和を実行するために1種の触媒または触媒システムを提供することが可能であり、他方、水素化仕上のために第2の触媒または触媒システムを使用することが可能である。典型的に、水素化仕上および／または芳香族飽和プロセスは、水素化仕上または芳香族飽和プロセスのためのより低い温度の使用を容易にすることなどの実際的な理由のため、脱蛻または水素化分解プロセスとは別個の反応器で実行されるであろう。しかしながら、水素化分解または脱蛻プロセスの後であるが、分留の前の追加の水素化仕上反応器は、概念的に反応システムの第2段階の部分であるとなお考えることが可能である。

10

#### 【0070】

水素化仕上および／または芳香族飽和触媒は、第6族金属、第8～10族金属、およびその混合物を含むことが可能である。一実施形態において、好ましい金属としては、強い水素化官能性を有する少なくとも1つの金属硫化物が含まれる。別の実施形態において、水素化仕上触媒は、Pt、Pdまたはその組合せなどの第8～10族貴金属を含むことが可能である。金属の混合物は、触媒に基づき、金属の量が30重量%以上であるバルク金属触媒としても存在し得る。適切な金属酸化物支持体としては、シリカ、アルミナ、シリカ・アルミナまたはチタニア、好ましくは、アルミナなどの低酸性酸化物が含まれる。芳香族飽和のための好ましい水素化仕上触媒は、多孔性支持体上で比較的強い水素化官能性を有する、少なくとも1種の金属を含むであろう。典型的な支持体材料としては、アルミナ、シリカおよびシリカ・アルミナなどの非晶質または結晶質酸化物材料が含まれる。支持体材料は、ハロゲン化などによって、特にフッ素化によって変性されてもよい。触媒の金属含有量は、しばしば、非貴金属に関して、20重量パーセント程度の高さである。一実施形態において、好ましい水素化仕上触媒は、触媒のM41Sクラスまたは系統群に属する結晶質材料を含むことが可能である。触媒のM41S系統群は、高いシリカ含有量を有するメソポーラス材料である。例としては、MCM-41、MCM-48およびMCM-50が含まれる。このクラスの好ましいものは、MCM-41である。芳香族飽和および水素化仕上のために個々の触媒が使用される場合、芳香族飽和触媒は、芳香族飽和のための活性および／または選択性に基づいて選択可能であり、他方、水素化仕上触媒は、生成物色および多核芳香族減少などの生成物仕様を改善するための活性に基づいて選択することができる。

20

#### 【0071】

水素化仕上条件は、125～425、好ましくは、180～280の温度、500psig(約3.4MPag)～3000psig(約20.7MPag)、好ましくは、1500psig(約10.3MPag)～2500psig(約17.2MPag)の全圧力、および0.1時間<sup>-1</sup>～5時間<sup>-1</sup>、好ましくは、0.5時間<sup>-1</sup>～1.5時間<sup>-1</sup>の液空間速度を含むことが可能である。

30

#### 【0072】

第2の分留または分離は、第2または次の段階の後、1つ以上の位置において実行可能である。いくつかの態様において、分留は、スウィート条件下、USY触媒の存在下での第2段階における水素化分解後に実行可能である。第2段階の水素化分解流出物の少なくとも潤滑油沸点範囲部分を、次いで、さらなる加工のために脱蛻および／または水素化仕上反応器に送達することが可能である。いくつかの態様において、水素化分解および脱蛻は、第2の分留の前に実行可能である。いくつかの態様において、水素化分解、脱蛻および芳香族飽和は、第2の分留の前に実行可能である。任意選択的に、芳香族飽和および／または水素化仕上は、第2の分留の前、第2の分留の後、または前および後の両方に実行可能である。

40

#### 【実施例】

#### 【0073】

50

### 実施例 1：有利なベースストックの製造

潤滑油の水素化分解プロセスを使用して、優れた低温および酸化性能を有する組成的に有利なベースストックを製造することが可能である。ワイドカット供給原料は、粘度指数（V I）を増加させ、そして硫黄および窒素を除去する主に水素処理ユニットである第1段階を通じて加工される。これに続いて、ライトエンドおよびディーゼルが除去されるストリッピング部分がある。より重質の潤滑油留分は、次いで、第2段階に入り、そこで、水素化分解、脱蠅および水素化仕上がりが実行される。これは、図2に示される構造に対応するが、図3の構造を代わりに使用することも可能である。供給原料およびプロセスのこのような組合せによって、ユニークな組成特徴を有するベースストックを製造することができる。これらのユニークな組成特徴は、より低粘度およびより高粘度の製造されたベースストックの両方において観察される。

10

#### 【0074】

潤滑油ベースストックは、慣習的に加工された低粘度ベースストックと比較して、ユニークな組成特徴を有する低粘度生成物をもたらす、低粘度カットのための従来のV I目標に達するようにワイドカット供給原料を同時加工することによって製造可能である。潤滑油ベースストック組成は、ガスクロマトグラフィー質量分析法（G C M S）、超臨界液体クロマトグラフィー（S F C）、炭素13核磁気共鳴（<sup>13</sup>C N M R）、プロトン核磁気共鳴（プロトン-N M R）、二次元ガスクロマトグラフィー（2 D G C）および示差走査型熱量測定法（D S C）を含む、先進的分析技術の組合せを使用して決定することができる。4～6 c s tの範囲の100における動粘度を有する、本開示のグループII低粘度潤滑油ベースストックの例を図4に記載する。比較のため、本開示の低粘度潤滑油ベースストックは、同粘度範囲を有する典型的なグループII低粘度ベースストックと比較される。

20

#### 【0075】

上記されたプロセスからの同時加工された高粘度生成物も、本明細書に記載のユニークな組成特徴を示すことができる。10～14 c s tの範囲の100における動粘度を有するこのようなグループII高粘度潤滑油ベースストックの例を図5に記載する。参照のため、本開示の高粘度潤滑油ベースストックは、同粘度範囲を有する典型的なグループII高粘度ベースストックと比較される。

30

#### 【0076】

水素化分解プロセスによって製造された、以前のユニークな組成（図4および5中の例）を有するグループIIベースストックは、3.5 c s t～14 c s tの広範囲のベースストック粘度を示す。組成におけるこれらの差異は、シクロパラフィン環種の分布における差異を含み、かつ多環シクロパラフィンと比較して単環のより大きい相対量を導く。シクロパラフィン性能比は、試験試料として0.3 c s t以内の100における動粘度を有する2016年以前のグループIIの商業的に入手可能な試料における同一比に対する上記ベースストック中の多環シクロパラフィンおよびナフテノ芳香族種（-2、-4、-6、-8および-10の水素欠乏Xクラスを有する種の合計）に対するモノシクロパラフィン（0の水素欠乏Xクラス）の比率として定義され、多環シクロパラフィンおよびナフテノ芳香族種に対するモノシクロパラフィンの量は、全て、同キャリブレーションで同器具においてG C M Sを使用して測定される。図4および5は、それぞれ、ライン14を参照して、低粘度生成物のシクロパラフィン性能比が、本開示のベースストックにおいて、1.05または1.1または1.2または1.3を超過し、高粘度生成物は、本開示のベースストックにおいて、1.05または1.1を超過し、あるいはより好ましくは、1.2または1.3または1.4を超過することを示す。

40

#### 【0077】

加えて、本開示のこれらのベースストックにおいて、図4および5中、それぞれ、2+、3+、4+環シクロパラフィンの矢印15、16および17に示される多環シクロパラフィンの絶対値は、粘度の範囲にわたって、商業的に既知のストックと比較して、本開示のベースストックにおいて低い。特に、本開示のベースストック例は、低粘度生成物にお

50

いて、35.7%未満の2+環シクロパラフィン、11.0%未満の3+環シクロパラフィンおよび3.7%未満の4+環シクロパラフィン、ならびに高粘度生成物について、39%未満の2+環シクロパラフィン、10.8%未満の3+環シクロパラフィンおよび3.2%未満の4+環シクロパラフィンを示す。多環シクロパラフィンのより低い量は、3環種の個々の数においても見ることができ（図4および5、それぞれ、第7行目）；低粘度生成物について7.8%未満であり、高粘度生成物について7.9%未満である。加えて、本開示のベースストックは、全粘度範囲にわたって、より高い量のモノシクロパラフィン種を示し；低粘度ベースストックについて40.7%より高く、高粘度ベースストックについて38.8%より高い。

## 【0078】

10

さらに、ワイドカット供給原料を使用することによって、より軽質のベースストックと同時製造された、より重質のベースストックにおいて追加的な利点が生じる。図5の第4行目に見られるように、高粘度ストックは、平均して80%に近い商業的ベースストックと比較して、有意により低い全シクロパラフィン含有量（75%以下）を示す。これは、109.3を超える高いVIによって証拠づけられる。本開示のベースストックは、109~112の範囲のVIを有する。

## 【0079】

20

加えて、高粘度ベースストックは、<sup>13</sup>C-NMRによって測定した場合、100の炭素原子あたり13.3を超えるエプシロン炭素原子によって証拠づけられる種のイソパラフィン部分におけるより低い分岐度、および<sup>13</sup>C-NMRによって測定した場合、100の炭素原子あたり2.8を超えるアルファ炭素原子によって証拠づけられる種のイソパラフィン部分における長鎖アルキル分岐を示す（図5、第18行目および第20行目）。特性のいくつかのユニークな組合せは、特に、高粘度生成物と同時製造された低粘度ベースストックにおいても見られる。例えば、本開示の低粘度ベースストックは、110を超える粘度指数を維持しながら、12%未満のエプシロン炭素含有量を有する（図4、第18行目および第3行目）。

## 【0080】

30

本開示のベースストックは、典型的なグループIIベースストックと比較して、より低い全シクロパラフィン含有量を有する。これは、競合するベースストック以上の本開示のベースストックのVIの利点を提供すると考えられる。驚くべきことに、本開示のベースストックは、より低い全シクロパラフィン含有量およびナフテノ芳香族種含有量にもかかわらず、X=0環クラス種（モノシクロパラフィン種に対応する）のより高い含有量も有する。理論によって拘束されないが、多環シクロパラフィンおよびナフテノ芳香族のより低い量に関する1つの仮定は、低い多環シクロパラフィンおよびナフテノ芳香族を導く開環反応が、本開示のベースストックを製造するために使用されるプロセス条件下で高い選択性を有し得るということである。本開示のベースストックを製造するために使用されるプロセスキームは、潜在的にVIを改善する開環反応に有利に作用し得る低硫黄（スウェイト）加工条件下で、酸性部位を有する貴金属触媒のより大量の使用を可能にする。

## 【0081】

40

実施例2：ソワーおよびスウェイト作動間の芳香族飽和

図1~3は、供給原料が、最初に、ソワー条件下（例えば、250wppmより多い硫黄含有量）で水素化処理され、続いて、スウェイト条件下（例えば、組み合わせた液相および気相硫黄が100wppm以下の硫黄含有量に等しい）で上記USY触媒の存在下、少なくとも潤滑油沸点範囲部分が水素化分解される構造を提供する。スウェイト条件下、USY触媒の存在下での水素化分解を実行することの利点は、従来の構造に従うソワー条件下での水素化分解と比較して示すことができる。

## 【0082】

50

本実施例において、潤滑油ベースストック製造に適切な芳香族供給原料は、2つの異なる構造において加工された。構造Aは、水素処理および水素化分解が單一段階で実行される構造に対応する。商業的に入手可能な水素処理触媒および商業的に入手可能な卑金属水

素化分解触媒が使用された。構造Bは、図1に類似の構造に対応する。構造Bにおいて、第1段階において商業的に入手可能な水素処理触媒を使用して、供給原料の硫黄含有量を100wppm未満まで減少させた。次いで、第1段階流出物を分離して、ライトエンドを除去し、また、700°F(約371°C)未満の沸点を有する供給原料の部分も除去した。残りの潤滑油沸点範囲留分を、次いで、貴金属USY触媒の存在下、水素化分解した。貴金属USY触媒は、24.30未満の単位セル径、50より高いシリカ対アルミナ比および20以下のアルファ値を有するUSY触媒であった。貴金属USY触媒は、担体の重量に基づき、1.0重量%のPtをさらに含んだ。両構造に関して、水素圧力は2200psig(約15.2MPag)であった。温度は、100wppm未満の硫黄を有する流出物を生じるため、そしてまた、700°F(約371°C)に対する所望のレベルの供給原料変換を達成するよう選択された。構造Bに関して、変換の量は、水素処理および水素化分解反応器の両方における全変換である。

10

#### 【0083】

図6は、構造A(正方形、ソワー水素化分解)および構造B(円形、スウィート水素化分解)について、水素化処理された流出物における芳香族含有量(重量%)を示す。水素化処理された流出物中の芳香族の量は、水素化処理(水素処理および水素化分解)の間に実行された、組み合わされた700°F(約371°C)変換の量と比較して示される。芳香族含有量について、(潤滑油沸点範囲供給原料などの)供給原料の芳香族含有量は、いずれの都合のよい方法によっても決定することができる。ASTM D2007は、潤滑油沸点範囲供給原料中の芳香族の測定方法の一例を提供する。

20

#### 【0084】

0%の変換における正方形は、約65重量%であった供給原料の芳香族含有量を示す。約25%以下の700°F(約371°C)変換レベルにおいて、図6に示される変換および芳香族飽和は、水素処理のみによる芳香族飽和および変換に対応する。25%より高い変換レベルは、水素処理と、それに続く水素化分解に対応する。より高レベルの変換において、USY触媒の存在下でのスウィート水素化分解は、約2~約4重量%の水素化分解された流出物中の芳香族含有量をもたらした。それとは対照的に、ソワー条件下での700°F(約371°C)変換を増加させることは、供給原料の最高60%の変換を達成するために有効であったが、芳香族含有量は、ソワー水素化分解のための全レベルの変換においても少なくとも約35重量%であった。これは、USY触媒の存在下でのスウィート水素化分解の能力によって、ソワー水素化分解と比較して、改善された芳香族飽和を提供することを実証する。

30

#### 【0085】

##### 実施例3：液体クエンチ処理による芳香族飽和

実施例2の供給原料に類似の供給原料の加工は、実験室規模および商業規模の水素化処理実施の両方に対して適合し、確認された経験的モデルを使用してモデル化された。供給原料の加工は、2つの異なる構造を使用してモデル化された。構造Cは、図2に類似の構造に対応し、構造Dは、図3に類似の構造に対応した。構造Cは、脱蠅の前に水素化分解された流出物の温度を低下させるためのクエンチガスの使用を含むようにモデル化された。構造Dは、水素化分解された流出物との組合せのための脱蠅された流出物の25重量%のリサイクルを含むようにモデル化された。

40

#### 【0086】

両構造において、初期ソワー水素化処理段階は、ヘテロ原子含有量を低下させるために使用された。水素化分解、脱蠅および水素化仕上を、次いで、第2の「スウィート」段階で実行した。両構造に関して、貴金属USY触媒(実施例2に記載されるもの)が水素化分解のために使用され、0.6重量%のPt-ZSM-48触媒が脱蠅のために使用され、そして商業的に入手可能な水素化仕上触媒が水素化仕上のために使用された。水素化仕上後、脱蠅された流出物の(リサイクルされない)部分を分留し、燃料留分、軽質中性ベースストック(4~6cSt)および重質中性ベースストック(10~14cSt)を形成した。

50

## 【0087】

両構造における水素化分解は、2200 psig（約15.2 MPag）において実行された。表1は、モデル化されたプロセス実行間の温度に関する追加の詳細を提供する。表1中、EITは、推定された内部温度を意味し、これは、反応器の入口および出口温度のほぼ平均である。

## 【0088】

## 【表1】

表1

	構造C	構造D
HDC EIT°C	367	367
脱蠣供給原料温度(入口)°C	367	352
脱蠣EIT°C	343	343
高Pクエンチガスレート	ベース	ベースの30%
軽質中性芳香族、重量%	約2.4 重量%	約1.2 重量%
重質中性芳香族、重量%.	約2.2 重量%	約1.3 重量%

10

20

30

## 【0089】

表1に示されるように、構造CおよびDの水素化分解反応器は、同一温度で実行された。脱蠣反応器も、水素化分解反応器より約25低い同一温度で実行された。構造Cにおいてのみ、気相クエンチを使用するため、水素化分解された流出物は約10のみ冷却されることが可能であり、これによって、脱蠣反応器へのインプットが、水素化分解反応器の推定内部温度とほぼ同じ温度を有することとなる。それとは対照的に、構造Dの液体クエンチは、水素化分解された流出物（または脱蠣供給原料）を、約25の冷却に対応する、より実質的に冷却することが可能であった。したがって、構造Dの脱蠣に対する供給原料は、脱蠣反応器の平均温度により近い。加えて、構造Dは、脱蠣流出物のリサイクル部分が、2回目の脱蠣および水素化仕上触媒に暴露されることを可能にし、それによって、芳香族および流動点のさらなる減少が可能となる。これによって、Rotary Pressure Vessel Oxidation試験によって測定される酸化時間の改善が導かれた。構造Cからの重質中性試料とブレンドされたタービン油は825分のRPVOT時間をもたらすが、構造Dからの重質中性試料とブレンドされた同一配合物は、1006分のRPVOT時間をもたらした。これも低温性能における改善を導くことが予想されるであろう。

## 【0090】

## 追加の実施形態

## 実施形態1

40

第1の水素化処理条件下で、650°F（約343）の部分（又はポーション（portion））を含む供給原料（又はフィードストック（feedstock））を水素化処理（又は水素処理（hydroprocessing））すること（又は工程又はステップ）であって、水素化処理された流出物（又は溶出物（effluent））を形成すること（又は工程又はステップ）、

水素化処理された流出物の少なくとも一部を分留すること（又は工程又はステップ）であって、少なくとも、第1の燃料沸点範囲留分（又は燃料沸点範囲フラクション）（first fuels boiling range fraction）と、第2の留分（又はフラクション）（second fraction）とを形成し、第2の留分が、潤滑油沸点範囲部分（又は潤滑油沸点範囲ポーション（lubricant boiling range portion））を含むこと（又は工程又はステップ）、

水素化分解条件下、水素化分解触媒の存在下で、第2の留分を水素化分解（hydrocrack

50

ing)すること(又は工程又はステップ)であって、水素化分解された流出物(又は溶出物)を形成し、水素化分解触媒が、24.30(オングストローム)以下の単位セル径(又はユニットセルサイズ(unit cell size))と、少なくとも50のシリカ:アルミナの比(silica to alumina ratio)と、20以下のアルファ値(Alpha value)とを有するUSYゼオライトを含み、水素化分解触媒が、水素化分解触媒上に支持された0.1重量%~5.0重量%の第8~10族の貴金属をさらに含み、水素化分解条件が、水素化分解反応器出口温度(hydrocracking reactor exit temperature)を含むこと(又は工程又はステップ)、

触媒脱蠅条件(又は接触脱蠅条件(catalytic dewaxing conditions))下、水素化分解された流出物の少なくとも一部と、脱蠅された流出物のリサイクル部分(又はリサイクルポーション(recycled portion))とを脱蠅すること(又は工程又はステップ)であって、脱蠅された流出物(又は溶出物)を形成し、脱蠅された流出物のリサイクル部分は、脱蠅された流出物の20重量%~50重量%を任意選択的に含み、触媒脱蠅条件が、水素化分解反応器出口温度よりも少なくとも20、または少なくとも25、または少なくとも30低い、脱蠅反応器入口温度(dewaxing reactor inlet temperature)を含むこと(又は工程又はステップ)、

脱蠅された流出物の少なくとも一部を分離すること(又は工程又はステップ)であって、少なくとも、脱蠅された流出物のリサイクル部分と、脱蠅された流出物の生成物部分(又はプロダクトポーション(product portion))とを形成すること(又は工程又はステップ)、および

脱蠅された流出物の生成物部分を分留すること(又は工程又はステップ)であって、少なくとも、燃料沸点範囲生成物(又は燃料沸点範囲プロダクト(fuels boiling range product))と、潤滑油沸点範囲生成物(又は潤滑油沸点範囲プロダクト(lubricant boiling range product))とを形成すること(又は工程又はステップ)を含み、潤滑油沸点範囲生成物が、2.0重量%以下、または1.5重量%以下、または1.0重量%以下の芳香族(化合物)含有量(又はアロマチックコンテンツ(aromatics content))を有する、

潤滑油沸点範囲生成物の製造方法。

#### 【0091】

##### 実施形態2

脱蠅された流出物の少なくとも一部を水素化仕上(又はヒドロフィニッシュ(hydrofinishing))すること(又は工程又はステップ)であって、水素化仕上された流出物(又は溶出物)を形成すること(又は工程又はステップ)をさらに含み、脱蠅された流出物の少なくとも一部を分離すること(又は工程又はステップ)が、水素化仕上された流出物の少なくとも一部を分離すること(又は工程又はステップ)を含む、実施形態1の方法。

#### 【0092】

##### 実施形態3

脱蠅反応器入口温度が、脱蠅重量平均床温度(dewaxing weight average bed temperature)よりも15未満(の温度だけ)大きい、または10未満(の温度だけ)大きい、上記実施形態のいずれかの方法。

#### 【0093】

##### 実施形態4

脱蠅された流出物の生成物部分を分留すること(又は工程又はステップ)が、少なくとも、

2.0重量%以下、または1.5重量%以下、または1.0重量%以下の芳香族(化合物)含有量を有する第1の潤滑油沸点範囲生成物と、

2.0重量%以下、または1.5重量%以下、または1.0重量%以下の芳香族(化合物)含有量を有する第2の潤滑油沸点範囲生成物と  
を形成することを含み、

第1の潤滑油沸点範囲生成物が、4~6 cStの粘度を任意選択的に有するか、第2の

10

20

30

40

50

潤滑油沸点範囲生成物が、10～14 cSt の粘度を任意選択的に有するか、または  
その組合せ

である、上記実施形態のいずれかの方法。

**【0094】**

**実施形態 6**

供給原料が、少なくとも40重量%、または少なくとも50重量%の芳香族化合物（又は芳香族又はアロマチック（aromatics））を含む、上記実施形態のいずれかの方法。

**【0095】**

**実施形態 7**

水素化分解触媒が、24.24（オングストローム）以下の単位セル径（又はユニットセルサイズ）、少なくとも85のシリカ：アルミナの比、および10以下のアルファ値の1つ以上（または2つ以上、または全て）を有するUSYゼオライトを含み、USYゼオライトが、メソ（Meso-）Yゼオライト、エクストラメソポーラス（Extra Mesoporous）Yゼオライト、またはその組合せを任意選択的に含む、上記実施形態のいずれかの方法。

10

**【0096】**

**実施形態 8**

供給原料を水素化処理すること（又は工程又はステップ）が、水素処理条件下で、水素処理触媒に供給原料を暴露すること（又は工程又はステップ）を含むか、または

供給原料を水素化処理すること（又は工程又はステップ）が、第2の水素化分解条件下で、第2の水素化分解触媒に供給原料を暴露すること（又は工程又はステップ）を含むか、または

20

その組合せ

である、上記実施形態のいずれかの方法。

**【0097】**

**実施形態 9**

水素処理供給原料入口（又は水素処理供給原料インレット（hydrotreating feed inlet））と、水素処理流出物出口（又は水素処理流出物アウトレット（hydrotreating effluent outlet））と、水素処理触媒（又は水素処理キャタリスト（hydrotreating catalyst））を含む少なくとも1つの固定化触媒床（又は固定化触媒ベッド（fixed catalyst bed））とを含む、水素処理反応器（又は水素処理リアクタ（hydrotreating reactor））、

30

第1の分離段階入口（又は分離ステージインレット）（first separation stage inlet）と、第2の分離段階入口（又は分離ステージインレット）（second separation stage inlet）とを含む分離段階（又は分離ステージ（separation stage））であって、第1の分離段階入口が、水素処理流出物出口（又は水素処理流出物アウトレット（hydrotreating effluent outlet））と流体連絡（又は流体連通又は液体連絡又は液体連通（fluid communication））していて、分離段階が、複数の分離段階液体流出物出口（又は分離段階液体流出物アウトレット（separation stage liquid effluent outlet））をさらに含み、分離段階液体流出物出口の1つ以上が、生成物出口（又はプロダクトアウトレット（product outlet））に対応する、分離段階、

40

水素化分解供給原料入口（又は水素化分解供給原料インレット（hydrocracking feed inlet））と、水素化分解流出物出口（又は水素化分解流出物アウトレット（hydrocracking effluent outlet））と、少なくとも1つの固定化触媒床（又は固定化触媒ベッド（fixed catalyst bed））とを含む水素化分解反応器（又は水素化分解リアクタ（hydrocracking reactor））であって、少なくとも1つの固定化触媒床が、水素化分解触媒（又は水素化分解キャタリスト（hydrocracking catalyst））を含み、水素化分解供給原料入口が、少なくとも1つの分離段階液体流出物出口（又は分離段階液体流出物アウトレット（separation stage liquid effluent outlet））と流体連絡していて、水素化分解触媒が、24.30（オングストローム）以下の単位セル径（又はユニットセルサイズ（unit cell size））と、少なくとも50のシリカ：アルミナの比と、20以下のアルファ値（Alpha

50

a value)とを有するU.S.Yゼオライトを含み、水素化分解触媒が、水素化分解触媒上に支持された0.1重量%～5.0重量%の第8～10族の貴金属をさらに含む、水素化分解反応器、および

脱蠅供給原料入口(又は脱蠅供給原料インレット(dewaxing feed inlet))と、脱蠅流出物出口(又は脱蠅流出物アウトレット(dewaxing effluent outlet))と、少なくとも1つの固定化触媒床(又は固定化触媒ベッド(fixed catalyst bed))とを含む脱蠅反応器(又は脱蠅リアクタ(dewaxing reactor))であって、少なくとも1つの固定化触媒床が、脱蠅触媒を含み、脱蠅供給原料入口が、水素化分解流出物出口と流体連絡し、脱蠅流出物出口とも流体連絡している、脱蠅反応器

を含む、潤滑油沸点範囲生成物(又は潤滑油沸点範囲プロダクト(lubricant boiling range product))を製造するためのシステム。10

#### 【0098】

##### 実施形態10

脱蠅反応器が、水素化仕上触媒(又は水素化仕上キャタリスト(hydrofinishing catalyst))を含む固定(化)床(又は固定(化)ベッド(fixed bed))をさらに含むか、

水素処理反応器が、水素化分解触媒を含む固定床をさらに含むか、または  
その組合せ

である、実施形態9のシステム。

#### 【0099】

##### 実施形態11

水素化仕上供給原料入口と、水素化仕上流出物出口と、水素化仕上触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含む水素化仕上反応器をさらに含み、水素化仕上供給原料入口が、脱蠅供給原料出口と直接的に流体連絡していて、脱蠅供給原料入口が、水素化仕上流出物出口と直接的に流体連絡していて、脱蠅流出物出口とも間接的に流体連絡している、実施形態9または10のシステム。20

#### 【0100】

##### 実施形態12

追加的な水素化分解反応器をさらに含み、追加的な水素化分解反応器は、追加的な水素化分解供給原料入口と、追加的な水素化分解流出物出口と、追加的な水素化分解触媒を含む少なくとも1つの固定化触媒床とを含み、30

追加的な水素化分解反応器が、水素処理流出物出口と第1の分離段階入口との間に間接的な流体連絡を提供し、

追加的な水素化分解供給原料入口が、水素処理流出物出口と流体連絡していて、

追加的な水素化分解流出物出口が、第1の分離段階入口と流体連絡している、  
実施形態9～11のいずれかのシステム。30

#### 【0101】

数値の下限および数値の上限が本明細書に列挙される場合、いずれの下限からいずれの上限までの範囲も考慮される。本発明の説明のための実施形態が詳細に記載されているが、種々の他の変更は明白であり、かつ本発明の精神および範囲から逸脱することなく、当業者によって容易に実施可能であることは理解されるであろう。したがって、本明細書に添付された請求の範囲が例に制限され、かつ請求の範囲ではなく本明細書に明らかにされた記載が、本発明が関係する技術の当業者によってその同等物として見なされ得る全ての特徴を含む、本発明において存在する特許取得可能な新規物の全ての特徴を包含していると解釈されるようには意図されない。40

#### 【0102】

本発明は、多数の実施形態および具体的な実施例を参照して、上記で説明された。上記の詳細な説明を考慮に入れて、本技術における当業者に多くの相違が暗示されるであろう。全てのそのような明白な相違は、添付された全ての意図された請求の範囲内にある。

【図1】

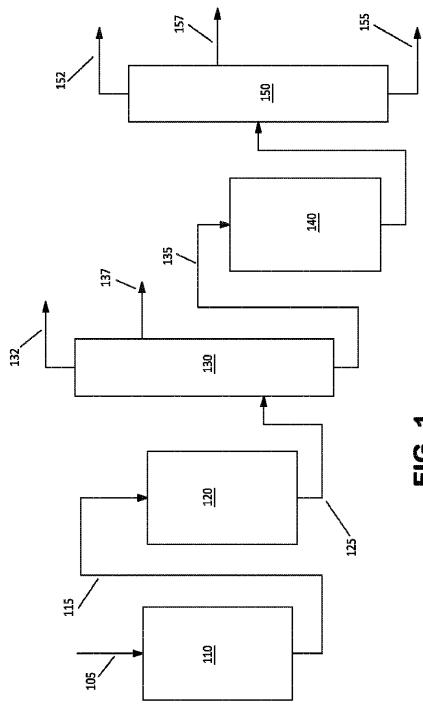


FIG.1

【図2】

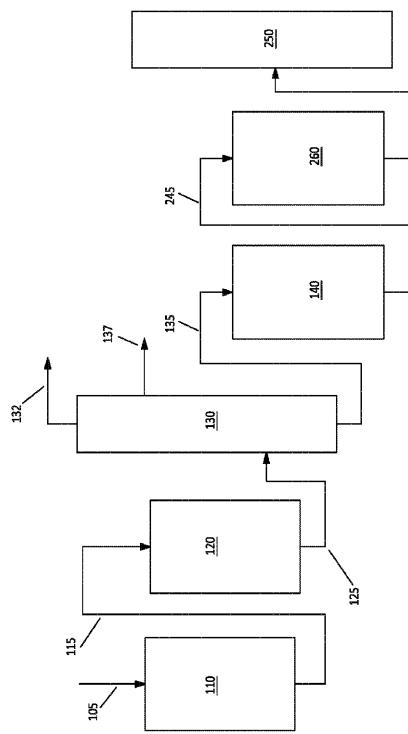


FIG.2

【図3】

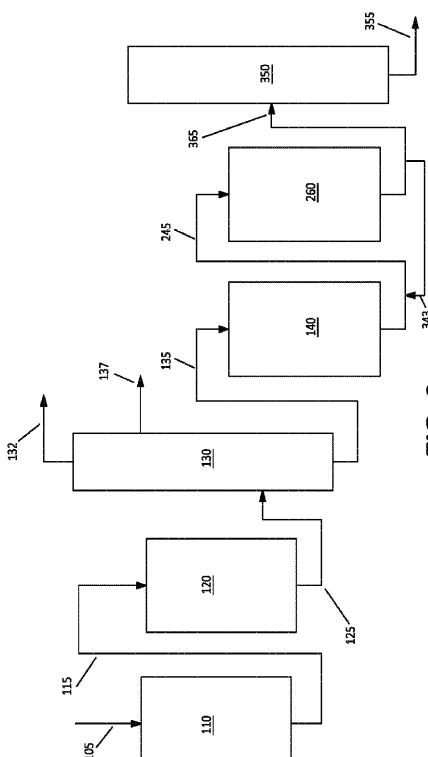


FIG.3

【図4】

体系別別ベースペッカの実施例									
	ASTM D4945								
1. 100℃における半導体粘度	5.38	5.40	5.05	5.05	5.24	5.35	5.38	5.28	5.34
2. 40℃における粘度	35.51	30.69	27.41	29.23	26.63	29.11	29.63	30.17	30.85
3. 粘度指標	110.5	110.4	111.4	112.2	115.0	117.5	114.5	110.3	107.2
4. 全シクロハリソン	SFC	%	77.80	78.20	77.80	77.70	74.20	77.10	78.50
5. 純和X(10CP)	SFC	%	21.15	21.82	24.06	24.24	24.65	25.44	26.46
6. 純和X(25CP)	SFC	%	4.74	5.22	5.88	7.79	8.09	8.37	8.76
7. 純和X(35CP)	SFC	%	1.45	1.60	1.35	1.43	2.05	1.95	2.02
8. 純和X(45CP)	SFC	%	1.25	1.20	0.92	0.86	0.51	0.59	2.21
9. 純和X(55CP)	SFC	%	0.79	0.75	0.38	0.43	0.39	0.29	0.10
10. 純和X(100CP)	SFC	%	22.20	21.80	22.20	22.30	25.80	21.50	20.38
11. 純和X(1000CP)	SFC	%	1.23	1.26	1.17	0.60	1.19	1.43	1.20
12. DMA-522	SFC	%	20.97	20.54	21.03	21.70	24.01	21.40	20.07
13. DMA-522	SFC	%	1.3	1.3	1.3	1.2	1.0	1.0	0.9
14. 性能比	SFC	%	9.23	9.85	8.76	8.57	11.64	11.04	11.62
15. 2Rシクロハリソン	SFC	%	3.89	3.93	2.55	2.89	5.26	3.49	3.78
16. 3Rシクロハリソン	SFC	%	10.69	11.23	11.15	10.96	12.11	12.74	12.07
17. 4Rシクロハリソン	SFC	%	1.19	1.10	1.25	1.12	1.08	1.10	1.04
18. NMR	13C-NMR	%	3.20	3.21	3.04	3.30	3.22	3.34	3.17
19. TBP	13C-NMR	%	1.57	1.64	1.38	1.40	1.22	1.22	1.18
20. プルーフ	13C-NMR	%							
21. シリカ	13C-NMR	%							

図4

【図5】

米会員のベーススパンクの実績割合															
1. 100°Cにおける最高温度	ASTM D436	CR	11.87	11.97	10.56	10.8	10.25	10.42	10.63	12.11	12.23	11.97	10.66		
2. 40°Cにおける最高温度	ASTM D436	CR	100.38	102.62	83.88	83.34	80.29	80.18	91.01	94.42	90.50	102.10	104.90	107.50	88.15
3. 高温燃費			107.7	108.3	109.5	111.5	111.5	116	115	115	115	115	115	115	99.0
4. 活動量	GEMS	%	107.7	108.3	116	116	116	116	116	116	116	116	116	116	99.0
5. 全エネルギー	GEMS	%	61.62	41.19	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46	39.46
6. 燃料EGR率(PP)	GEMS	%	20.90	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49	21.49
7. 燃料40度PP	GEMS	%	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40	5.40
8. 燃料6度PP	GEMS	%	1.50	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70
9. 燃料8度PP	GEMS	%	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80
10. 燃料10度PP	GEMS	%	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
11. 燃料12度PP	GEMS	%	29.80	28.30	26.15	25.08	27.13	19.21	19.37	19.56	19.56	19.56	19.56	19.56	19.56
12. ハーフブレーキ	GEMS	%	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
13. MMHブレーキ	GEMS	%	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
14. DNWブレーキ	GEMS	%	29.30	26.80	25.15	25.15	24.65	33.50	35.40	35.40	34.10	35.40	35.40	35.40	35.40
15. 1/2ブレーキ	GEMS	%	1.5	1.4	1.5	1.4	1.4	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
16. 1/3ブレーキ	GEMS	%	28.50	29.60	34.0	33.0	33.0	33.0	33.0	33.0	33.0	33.0	33.0	33.0	33.0
17. 3/4ブレーキ	GEMS	%	1.80	8.20	3.00	9.50	8.70	15.70	15.70	15.70	15.70	15.70	15.70	15.70	15.70
18. 1/4ブレーキ	GEMS	%	1.00	1.10	2.80	2.90	2.80	4.70	4.80	5.10	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80
19. 1/5IPR	13K-NMR	%	13.33	14.04	3.55	14.71	13.97	11.55	12.69	12.69	12.69	12.69	12.69	12.69	12.69
20. 1/5IPR	13K-NMR	%	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90
21. 1/5IPR	13K-NMR	%	1.82	2.50	2.85	2.85	2.85	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
22. 1/5IPR	13K-NMR	%	1.52	1.71	1.20	1.05	1.17	1.05	1.05	1.05	1.05	1.05	1.05	1.05	1.05

図5

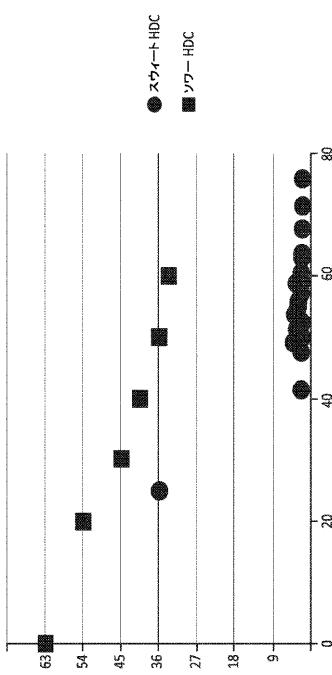


図6

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No PCT/US2017/024242
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. C10G47/18 C10G65/12 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C10G		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 2011/315596 A1 (PRENTICE KRISTA MARIE [US] ET AL) 29 December 2011 (2011-12-29) cited in the application paragraph [0025] paragraph [0036] paragraph [0046] - paragraph [0049] claims; figure 8 -----	1-17
Y	US 2004/092384 A1 (TIMKEN HYE KYUNG C [US] ET AL) 13 May 2004 (2004-05-13) claims 17-23; table 1 -----	1-17
A	WO 00/40333 A1 (MOBIL OIL CORP [US]) 13 July 2000 (2000-07-13) the whole document -----	1-17
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search  14 June 2017		Date of mailing of the international search report  30/06/2017
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.O. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Van der Poel, Wim

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No
PCT/US2017/024242

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 2011315596	A1 29-12-2011	AU 2011276525	A1	10-01-2013
		CA 2802341	A1	12-01-2012
		CN 102959054	A	06-03-2013
		EP 2588573	A1	08-05-2013
		JP 5925773	B2	25-05-2016
		JP 2013531114	A	01-08-2013
		KR 20130038351	A	17-04-2013
		SG 186118	A1	30-01-2013
		TW 201219553	A	16-05-2012
		US 2011315596	A1	29-12-2011
		US 2015218466	A1	06-08-2015
		WO 2012006054	A1	12-01-2012
<hr/>				
US 2004092384	A1 13-05-2004	AU 2003279921	A1	03-06-2004
		AU 2003291747	A1	03-06-2004
		CN 1723264	A	18-01-2006
		EP 1558704	A1	03-08-2005
		JP 2006505676	A	16-02-2006
		US 2004092384	A1	13-05-2004
		WO 2004044099	A1	27-05-2004
		WO 2004044100	A1	27-05-2004
		ZA 200503604	B	30-08-2006
<hr/>				
WO 0040333	A1 13-07-2000	CA 2350820	A1	13-07-2000
		EP 1152828	A1	14-11-2001
		JP 2002534247	A	15-10-2002
		US 6362123	B1	26-03-2002
		WO 0040333	A1	13-07-2000

---

フロントページの続き

(31) 優先権主張番号 15/468,380

(32) 優先日 平成29年3月24日(2017.3.24)

(33) 優先権主張国 米国(US)

(81) 指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,R0,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ

(72) 発明者 アジト・ビー・ダンデカー

アメリカ合衆国 0 8 8 0 9 ニュージャージー州クリントン、ヒッコリー・コート 1 5 番

(72) 発明者 ブラッドリー・アール・フィングランド

アメリカ合衆国 4 8 8 5 4 ミシガン州メイソン、トールズ・ロード 3 7 0 3 番

(72) 発明者 ケンドール・エス・フラッチャー

アメリカ合衆国 1 8 0 4 5 ペンシルベニア州イーストン、ジェフリー・レイン 1 4 1 6 番

(72) 発明者 スコット・ジェイ・ウェイゲル

アメリカ合衆国 1 8 1 0 4 ペンシルベニア州アレンタウン、エルム・ロード 2 4 6 番

F ターム(参考) 4H104 DA02A

4H129 AA02 CA18 KA12 KC15X KC15Y KC18X KC33X KD18X KD21X KD23X

KD26Y MA01 MA07 MA12 MB20A MB20B NA15 NA17